

THÈSES

présentées

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE NANCY

pour obtenir

LE DIPLOME DE DOCTEUR-INGÉNIEUR

par

Paul FAU

Ingénieur de l'École Nationale Supérieure
des Industries Chimiques de Nancy
Licencié ès-Sciences Physiques

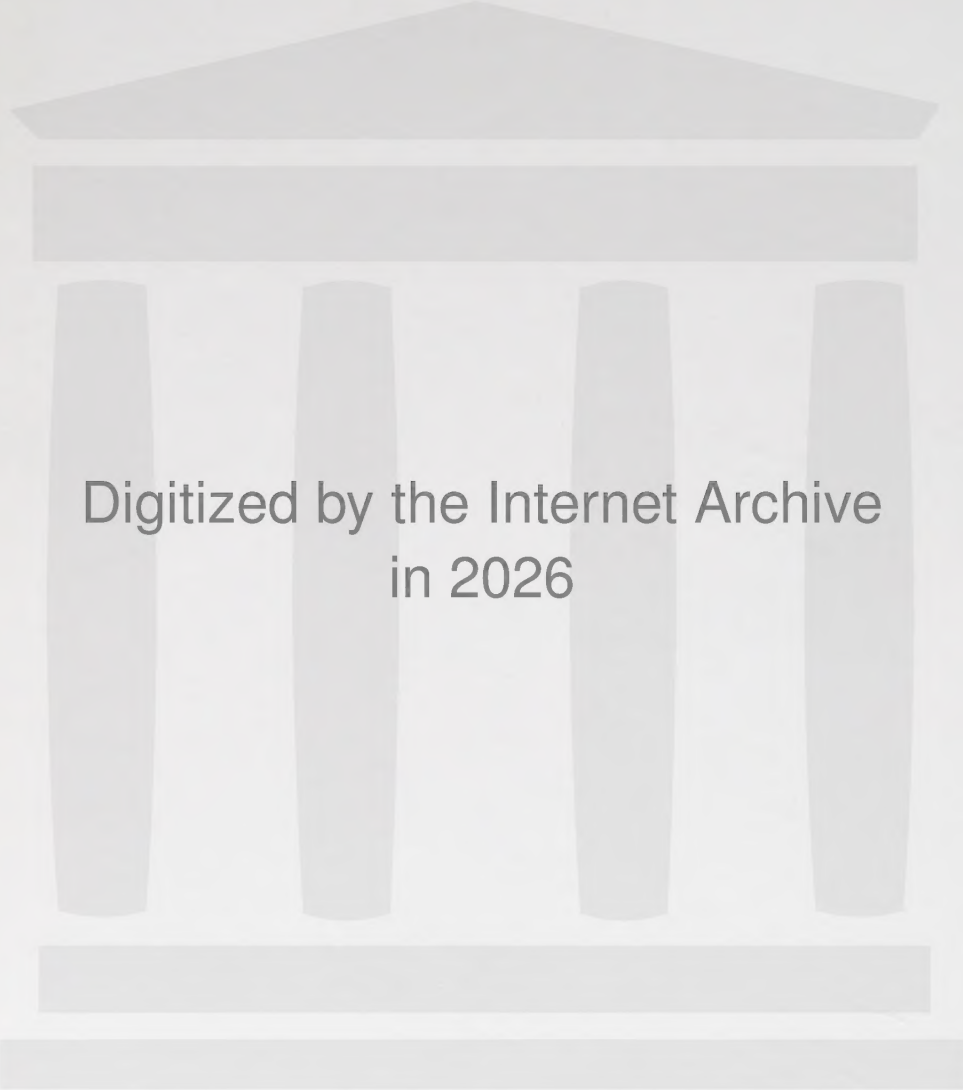
1^{re} THÈSE — Contribution à l'étude du revenu après trempe de l'alliage binaire fer carbone et de quelques alliages ternaires qui en dérivent.

2^{me} THÈSE — Mécanisme de la lubrification des surfaces métalliques à haute température par les lubrifiants solides.

Soutenues le 28 Avril 1966 devant la Commission d'Examen.

Monsieur le Doyen J. AUBRY . . . Président.

MM. R. FAIVRE . . .
A. HEROLD . . . } Examinateurs.



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41551914_0034

THÈSES

présentées

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE NANCY

pour obtenir

LE DIPLOME DE DOCTEUR-INGÉNIEUR

par

Paul FAU

Ingénieur de l'École Nationale Supérieure
des Industries Chimiques de Nancy
Licencié ès-Sciences Physiques

1^{re} THÈSE — Contribution à l'étude du revenu après trempe de l'alliage binaire fer carbone et de quelques alliages ternaires qui en dérivent.

2^{me} THÈSE — Mécanisme de la lubrification des surfaces métalliques à haute température par les lubrifiants solides.

Soutenues le 28 Avril 1966 devant la Commission d'Examen.

Monsieur le Doyen J. AUBRY . . . *Président.*

MM. R. FAIVRE . . . }
A. HEROLD . . . } *Examineurs.*



Doyen : M. AUBRYAssesseur : M. GAYDoyens honoraires : MM. CORNUBERT - DELSARTE - URION - ROUBAULTProfesseurs honoraires : MM. CROZE - RAYBAUD - LAFFITTE - LERAY - JULY LAPORTE - EICHHORN - GODEMENT - DUBREUIL - L. SCHWARTZ - DIEUDONNE - DE MALLEMANN - LONGCHAMBON - LETORT - DODE - GAUTHIER - GOUDET - OLMER CORNUBERT - CHAPELLE - GUERIN - WAHLMaîtres de conférences honoraires : MM. LIENHART - PIERRETProfesseurs

MM. URION	Chimie biologique	* MALAPRADE	Chimie
DELSARTE	Analyse supérieure	MANGENOT	Botanique
ROUBAULT	Géologie	GAYET	Physiologie
CAPELLE	Mécanique rationnelle	BONVALET	Mécanique appliquée
VEILLET	Biologie animale	HADNI	Physique
BARRIOL	Chimie théorique	* BASTICK	Chimie
BIZETTE	Physique	* KERN	Minéralogie
GUILLIEN	Electronique	DUCHAUFOR	Pédologie
GIBERT	Chimie physique	GARNIER	Agronomie
LEGRAS	Mécanique rationnelle	* WEPPE	Minéralogie appliquée
BOLFA	Minéralogie	NEEL	Chimie organ. indust.
NICLAUSE	Chimie	BERNARD	Géologie appliquée
FAIVRE	Physique appliquée	* CHAMPIER	Physique
AUBRY	Chimie minérale	* GAY	Chimie biologique
COPPENS	Radiogéologie	* REGNIER	Physico-chimie
DUVAL	Chimie	STEPHAN	Zoologie
FRUHLING	Physique	* CONDE	Zoologie
HILLY	Géologie	* WERNER	Botanique
LE GOFF	Génie chimique	EYMARD	Calcul différent. & int.
SUHNER	Physique expérimentale	LEVISALLES	Chimie organique
CHAPON	Chimie biologique	Mme HERVE	Méthodes mathémat. de la physique
HEROLD	Chimie miné. indust.		
SCHWARTZ B.	Exploitation minière	* GOSSE	Mécanique physique

Année scolaire 1965-1966

* Professeur titulaire à titre personnel

Maîtres de Conférences

Mme BASTICK	Chimie M.P.C. (Epinal)	BLAZY	Minéralogie appliquée
MM. GUDEFIN	Physique	JANOT	Physique M.P.C.
ROCCI	Géologie	JACQUIN	Pédologie et chim.ag.
VUILLAUME	Psychophysiologie	MAINARD	Physique M.G.P.
FRENTZ	Biologie animale	CACHAN	Entomologie appliquée
HORN	Physique propédeut.	MARTIN	Chimie M.P.C.
LAFON	Physique (I.S.I.N.)	N.	Probabilités et stat.
MARI	Chimie (I.S.I.N.)	N.	Mécanique (I.S.I.N.)
AUROUZE	Géologie	N.	Mathématiques
FELDEN	Physique théorique nuc.	N.	Mécanique expérim.
DEVIOT	Physique du solide	N.	Génie chimique
FLECHON	Physique M.P.C.	N.	Mathématiques M.P.C.
Mel HUET	Mathématiques S.P.C.N.	N.	Mathématiques S.P.C.N.
MM. VIGNES	Métallurgie	N.	Mathématiques appl.
BALESDENT	Thermodynamique chim.ap	N.	Mécanique des fluides
		N.	Physiologie animale

A MES PARENTS

A MA FEMME

Témoignage d'affection et de reconnaissance

A MON MAITRE

Monsieur Le Professeur René FAIVRE

Hommage respectueux et profondément reconnaissant.

PLAN

AVANT-PROPOS

I - INTRODUCTION

II - METHODES EXPERIMENTALES

- II.1 Elaboration des alliages
- II.2 Traitements thermiques
- II.3 Détermination dilatométrique des domaines de précipitation des carbures
- II.4 Procédés d'identification des phases
 - II.4.1 Micrographies optique et électronique
 - II.4.2 Diffraction des électrons
 - II.4.3 Diffraction des rayons X
 - II.4.3.1 Chambre photographique
 - II.4.3.2 Goniomètre de Berthold à compteur
- II.5 Schéma des méthodes expérimentales.

III - ETUDE DES TRANSFORMATIONS PENDANT LE REVENU

- III.1 Etude structurale de l'état trempé
- III.2 Décomposition de la martensite α' à basse température.
- III.3 Evolution de la martensite à bas carbone α''
- III.4 Evolution des carbures de fer précipités pendant le revenu
 - III.4.1 Transformation du carbure ϵ en carbure de Hägg.
 - III.4.2 Transformation du carbure de Hägg en cémentite
- III.5 Décomposition de l'austénite résiduelle.

IV - CONCLUSIONS

ANNEXE I - Rappel des connaissances actuelles sur la structure des solutions solides et des carbures que nous avons rencontrés au cours de notre étude.

ANNEXE II - Essai de détermination de la formule du carbure E à partir de mesures dilatométriques.

AVANT - PROPOS

Le revenu de l'acier est, d'après la définition énoncée dans le projet d'Euronorm, un "traitement thermique effectué sur un produit préalablement trempé en vue de modifications lui conférant les caractéristiques d'emploi désirées. Ce traitement provoque la formation de constituants plus proches de l'état d'équilibre physico-chimique que les constituants de trempe" (1). Le Metals Handbook le définit d'une façon un peu plus technique "comme un processus consistant à réchauffer un acier, durci par trempe, jusqu'à une température bien déterminée et à le refroidir ensuite suivant une loi de refroidissement quelconque" (2).

Les mécanismes de revenu présentent un intérêt considérable pour le métallurgiste. L'effet de ce traitement sur les propriétés mécaniques des alliages a de nombreuses applications commerciales. Cependant, il existe encore un profond désaccord entre les différents auteurs sur l'explication de ce mécanisme. Il semble que ce désaccord soit dû, à la fois, à une définition incomplète de l'état trempé initial et à la superposition de plusieurs phénomènes. Aussi avons-nous entrepris l'étude du revenu des aciers au carbone après trempe, avec pour principal souci de séparer ces phénomènes, afin de les étudier isolément et de mieux en suivre l'évolution.

Ce travail a été effectué au Laboratoire de Physique de l'Etat Métallique de la Faculté des Sciences et de l'Ecole Nationale Supérieure de la Métallurgie et de l'Industrie des Mines de Nancy.

Nous exprimons notre sincère reconnaissance à Monsieur le Professeur René FAIVRE, Directeur Scientifique de l'Ecole Nationale Supérieure de la Métallurgie et de l'Industrie des Mines, Directeur du Laboratoire de Physique de l'Etat Métallique, pour la direction qu'il a donnée à nos travaux et la bienveillante attention qu'il n'a cessé de nous accorder.

Nous adressons nos plus vifs remerciements à Monsieur le Doyen AUBRY et à Monsieur le Professeur HEROLD qui ont bien voulu accepter de faire partie de notre jury d'examen.

C'est avec beaucoup d'émotion que nous rendons hommage à la mémoire de Monsieur Roland BIGOT, Maître-assistant à la Faculté des Sciences, nommé tout récemment Maître de Conférences, qui nous a considérablement aidé au cours de la préparation de cette thèse et notamment pendant notre première année de travail. Son expérience personnelle dans le domaine des carbures de revenu de la martensite nous a été d'un très grand secours.

Nous exprimons nos sentiments de profonde reconnaissance à l'Institut de Recherches de la Sidérurgie (I.R.S.I.D.) et en particulier à son Directeur Général, Monsieur Marc ALLARD ainsi qu'à Monsieur Jean BARON, Directeur du Laboratoire de Réfractaires et Minerais qui le représente à Nancy, pour l'aide morale et matérielle qu'il nous a apportée pendant la durée de nos travaux.

Nous tenons à remercier aussi tous nos camarades de laboratoire pour l'amical soutien qu'ils nous ont toujours apporté et l'amitié dont il nous ont entouré.

Nos sentiments de gratitude vont également à l'Ecole Nationale Supérieure des Industries Chimiques que nous remercions ici en la personne de son Directeur Monsieur le Professeur BASTICK. C'est à elle que nous devons notre formation de physico-chimiste.

I - INTRODUCTION

En 1960, Apaev B.A. fait une communication sur "les contradictions à propos des phases carbures précipitées pendant le revenu des aciers au carbone" (3). Reprenant les travaux de nombreux auteurs; il en montre les différences et même les contradictions, pour reprendre ses propres paroles.

Arbusov M.P. et Kurdjumov G.V. (4) signalent les premiers, en 1940, la présence, au-dessous de 300°C, dans les aciers au carbone, d'un "carbure de basse température" différent de la cémentite. Ils identifient, par diffraction des rayons X, ce nouveau carbure et constatent qu'un revenu effectué à une température supérieure à 300°C le transforme en cémentite.

Quelques années plus tard, Antia D.P., Fletcher S.G. et Cohen M. (5) proposent un mécanisme du revenu des aciers au carbone en trois stades. Au cours d'un premier stade (95°C $\longrightarrow$ 175°C), la martensite tétragonale se décompose en ferrite et en un "précipité de transition". Dans le deuxième stade (230°C $\longrightarrow$ 290°C), apparaissent les produits de la décomposition de l'austénite, "produits de nature encore obscure qui ont le même état d'assemblage que la martensite revenue". Enfin, le troisième stade (290°C $\longrightarrow$ 400°C) voit la formation et le développement de la cémentite à partir du "produit de transition".

Owen W.S. (6) propose, en 1954, un mécanisme analogue, en 3 stades, correspondant sensiblement aux précédents. A la lumière des travaux de Jack K.H. (7), il identifie le précipité de transition comme étant le "carbure $\underline{\epsilon}$ ", et montre que l'autre produit de décomposition de la martensite n'est pas la ferrite mais une "martensite à bas carbone" (0,25 % de carbone). Selon ce même auteur, l'austénite se transforme en bainite au cours du second stade.

Okétani S. (8), en 1957, étudie le mécanisme du revenu de l'acier trempé, en mesurant la chaleur spécifique instantanée en fonction de la température de revenu et en déduit un mécanisme de revenu en cinq stades (figure 1).

Meuster M. (9) enfin, donne un schéma (figure 2) résultant d'une étude faite par analyse thermomagnétique où il ne décèle pas la présence de carbure de Hägg.

Parallèlement à ces travaux proposant des mécanismes complets, il faut citer tous ceux qui portent sur l'évolution des carbures de fer de synthèse ou de revenu.

Heidenreich R.D., Sturkey L. et Woods M.L. (10) identifient le carbure ϵ de structure hexagonale compact, isomorphe du nitrure de fer Fe_3N , par diffraction des électrons dans un acier à 0,9 % de carbone et 0,15 % de silicium revenu à 200°C. Jack K.H. (7), après une étude directe par la méthode Debye-Scherrer, donne les paramètres de ce carbure.

Isaichev I.V. (11) identifie aux rayons X un "carbure orthorhombique" précipité à 200°C qui se transforme graduellement en cémentite, à température supérieure. Koster W. et Banoert L. (12) prétendent, quant à eux, que la cémentite précipite directement durant le revenu.

La présence de carbure ϵ au début du revenu, puis du carbure dont Hägg fit la synthèse en 1934 (13), est décelée, par Pomey J. et Coudray R. (14) grâce à des analyses thermomagnétiques effectuées sur les aciers industriels.

Craft W. et Lamont J.L. (15) extraient du carbure de Hägg après revenu à 450°C d'un acier au carbone trempé. Ils l'identifient par diffraction des rayons X. Grangle I. et Sicksmith W. (16) retrouvent ces résultats, par analyse des propriétés magnétiques des alliages fer-carbone purs trempés et revenus, tout comme Robert C (17) qui utilise des méthodes radiocristallographiques.

Oketani S. et Nagakura S. (18), poursuivant les travaux entrepris par Oketani S. et Trillat J.J. (19), étudient la cémentation de films minces de fer par un courant de CO ou de CO + H₂ et montrent, par diffraction électronique, que l'on obtient le carbure $\underline{\epsilon}$ au-dessous de 250°C, le carbure de Hägg entre 250°C et 350°C et enfin la cémentite au-dessus de 350°C. Les mêmes auteurs mettent en évidence l'analogie entre les spectres de diffraction des carbures transformés par chauffage et ceux que l'on obtient par cmentation. Ils avancent que ces carbures se transforment sans changement de composition.

Nous expliquons ces divergences d'opinions par deux faits auxquels on se heurte constamment lorsqu'on étudie le revenu :

- la superposition des deux principaux phénomènes, à savoir la décomposition de la martensite et celle de l'austénite retenue,

- l'apparition de certains produits extrêmement fins qui précipitent en petite quantité et sont, de ce fait, difficiles à étudier par les méthodes radiocristallines habituellement employées.

Il faut aussi mentionner que les auteurs n'ont souvent utilisé qu'une seule méthode d'investigation dans leurs travaux. Or, il apparaît que toutes les techniques ne révèlent pas avec la même facilité un phénomène donné.

Nous avons entrepris l'étude du revenu avec, pour première préoccupation, celle de résoudre le problème de la superposition des décompositions de la martensite et de l'austénite. Dans ce but, nous avons fait des trempes dans l'eau, afin d'obtenir les constituants classiques : martensite et austénite non transformée ; par ailleurs, pour obtenir de la martensite pratiquement seule, nous avons fait des trempes dans l'eau suivies d'une immersion dans l'azote

liquide qui a pour but d'éliminer la majeure partie de l'austénite résiduelle.

Le deuxième point délicat de notre étude, c'est-à-dire l'observation des produits apparaissant au cours du revenu, en particulier des carbures, a été résolu en ajoutant à nos alliages fer-carbone des éléments d'addition stabilisant les carbures. Ces éléments d'addition que l'on retrouve souvent dans les alliages industriels n'ont été ajoutés dans certaines manipulations que dans un but bien déterminé : mieux observer un phénomène existant déjà dans un alliage fer-carbone pur mais qu'il est plus facile de mettre en évidence lorsque l'alliage contient un élément d'addition.

Notre étude, faite à la fois par analyse thermodynamométrique, diffraction des rayons X et des électrons, microscopie optique et électronique, est, en effet, orientée vers le mécanisme général du revenu de l'alliage fer-carbone pur. Mais nous avons pu également établir des données permettant de prévoir l'influence des éléments qui stabilisent ou déstabilisent les carbures, sur ce mécanisme.

Nous tenons à souligner que ce travail fait suite à de nombreuses recherches entreprises au Laboratoire de Physique de l'Etat Métallique, sur le revenu.

Marion F. et Faivre R. (20) ont étudié, par diffraction des rayons X et analyse thermomagnétique, les phases extraites électrochimiquement d'aciers revenus dans différentes conditions.

Baumann T. et Faivre R. (21) ont, par micrographies optique et électronique et par diffraction des électrons, suivi la décomposition de la martensite dans les aciers hyper-eutectoïdes.

Entringer M. et Bigot R. (22) montrèrent qu'au cours du revenu d'aciers au molybdène, le carbure de Hägg précipite à un stade intermédiaire.

Mignot B. et Bigot R. (23) retrouvèrent ce même carbure, dans la décomposition de l'austénite, pendant le revenu d'un acier à 13 % de chrome.

Actuellement, toujours dans le domaine du revenu, Ben Abderrazick A. étudie les phénomènes de graphitisation dans les aciers au silicium. D'autre part, Schmitt B. suit l'évolution des carbures de fer par carburation d'alliages de fer.

II - METHODES EXPERIMENTALES

II.1 Elaboration des alliages

Les alliages binaires fer-carbone et les alliages ternaires fer-carbone-manganèse, fer-carbone-molybdène et fer-carbone-silicium, ont été préparés, dans notre laboratoire, par fusion dans un four Balzers à chauffage par induction. Les fusions sont réalisées dans des creusets en pisé de Péchiney HF. BS composé de 70 % d'alumine et 29 % de magnésie avec 0,5 % de silice et 0,5 % de chaux.

Les matières premières d'élaboration sont des poudres de fer ex-carbonyle, de molybdène à 99,95 %, de manganèse à 99,9 %, de silicium à 99,9 % et du carbone pour analyse spectrographique. Le fer ex-carbonyle avait la composition suivante :

Fer ONIA (C.N.S.I. 450)	
C	: 0.040 %
N ₂	: 0.022 %
O ₂	: 0,22 %

La charge est frittée pour faciliter la fusion et limiter les pertes en carbone et en éléments d'addition. Ensuite, la fusion est réalisée sous vide, dans le cas des alliages

contenant du molybdène ou du silicium. Dans celui du manganèse, nous avons opéré sous une pression de 400 torrs d'argon environ, de façon à éviter les pertes par sublimation. Le métal en fusion est coulé dans une lingotière en cuivre refroidie par un courant d'eau.

Les lingots ainsi formés, de 800 grammes environ, sont laminés à chaud pour assurer une bonne homogénéisation chimique et pour faciliter la mise en forme des éprouvettes. Deux sortes d'échantillons ont été ensuite préparés par usinage : l'un de forme parallélépipédique de $3 \times 5 \text{ mm}^2$ de section et 30 mm de long, utilisé pour les examens aux rayons X et au microscope électronique ; l'autre, de forme cylindrique, de 3 mm de diamètre et 30 mm de long, pour l'étude dilatométrique. Ces dimensions permettent de réaliser des conditions de trempe assez voisines pour tous les échantillons qui seront étudiés ensuite par des méthodes différentes.

II.2 Traitements thermiques

Nous avons utilisé pour la trempe le dispositif mis au point par Bigot R. (24) (figure 3) : l'échantillon est maintenu fixe ; le bac de trempe, lié au four, se substitue à lui grâce à un mouvement de translation verticale dont la durée est inférieure à une seconde. Une trempe rapide est, en effet, indispensable dans le cas des alliages Fe-C, si l'on veut éviter toute transformation perlitique et limiter, autant que possible, une éventuelle transformation bainitique, pendant le brusque refroidissement. Les courbes TTT tracées pour de tels aciers (figure 4) le montrent nettement. Les aciers, contenant des éléments d'alliage qui repoussent la courbe de début de transformation vers les temps croissants, demandent moins de précautions dans ce domaine.

L'austénitisation avant trempe est faite à une température comprise entre 850°C et 1100°C, suivant la composition de l'alliage et sous un vide secondaire, afin

d'éviter toute oxydation qui entraînerait une décarburation.

La trempe est réalisée dans de l'eau salée (10 % de NaCl) à -5°C . Ces conditions ont été choisies de manière à avoir des vitesses de refroidissement aussi élevées que possible. Cette trempe est parfois suivie d'une immersion dans l'azote liquide destinée à compléter la décomposition de l'austénite (M : I_1 , I_2).

Les traitements de revenu sont faits dans des fours, sous un vide primaire, car les températures peu élevées diminuent les risques de décarburation. Les températures et les durées de maintien sont déterminées d'après nos courbes dilatométriques qui donnent des indications sur les vitesses de transformation. Nous avons, en effet, volontairement évité les temps de revenu trop longs, afin de ne pas amorcer des transformations qui se font ordinairement à des températures plus élevées. Des auteurs ont parfois un peu trop minimisé l'influence du facteur-temps par rapport à celle du facteur-température.

1.1.3 Détermination dilatométrique des domaines de précipitation des carbures

L'étude dilatométrique, en température croissante, indique avec précision le début et la fin des transformations pendant le revenu. Elle permet aussi de délimiter les domaines de précipitation des carbures ou les changements de phases.

Nous avons utilisé le dilatomètre différentiel de Chévenard, à enregistrement photographique, modifié par Donzé G. (25) dans nos laboratoires, de manière à maintenir les échantillons sous vide. L'éprouvette étalon est constituée de pyros. L'amplification choisie est de 600 suivant l'axe des dilatations et de 300 ou 600 suivant l'axe des températures, selon que le domaine à étudier porte sur une variation faible

ou forte de la longueur.

II.4 Procédés d'identification des phases

II.4.1 Micrographie optique et électronique

L'observation micrographique n'est qu'une méthode d'appoint pour l'analyse des phases. La diffraction des rayons X ou des électrons est le seul procédé vraiment sûr pour l'identification des phases en présence.

Après un polissage mécanique, terminé par un polissage au diamant, les échantillons sont attaqués par du nital ou du picral*. En microscopie électronique nous avons utilisé la technique des répliques directes au carbone et celle des répliques d'extraction au collodion et au carbone.

II.4.2 Diffraction des électrons

Sur les répliques d'extraction, le microscope O.P.L. permet de faire des clichés de diffraction intéressant des éléments de surface d'un micron carré, que l'on a préalablement observés et photographiés.

II.4.3 Diffraction des rayons X

II.4.3.1 Chambre photographique

Nous avons utilisé une chambre Seeman-Bohlin associée à un monochromateur à lame de quartz courbe. Nous avons opéré par réflexion, avec l'anticathode de cobalt, sur des échantillons massifs pour des angles de Bragg supérieurs à 30 degrés (figure 5).

* Nous avons notamment utilisé le "picral C" c'est-à-dire du picral à 4 % additionné d'agent mouillant cationique étudié par notre camarade de laboratoire M. F. Baumann (37). Ce réactif donne une résolution environ 2 fois supérieure à celle du picral ordinaire.

Cette méthode, suffisante pour suivre l'évolution de la matrice, s'est révélée à la fois trop peu sensible et trop imprécise pour permettre une bonne identification des carbures précipités. De plus, les temps de pose, de l'ordre de 24 heures, sont trop longs.

II.4.3.2 Goniomètre de Berthold à compteur

L'identification du carbure de Hägg et surtout son identification en présence de cémentite est extrêmement délicate et ne peut se faire que sur les premières raies, c'est-à-dire avec l'anticathode de cobalt, pour des angles de Bragg inférieurs à 30 degrés.

Au delà de cette limite, les raies sont très faibles et très difficiles à séparer et à identifier parce que trop nombreuses. Nous avons utilisé le goniomètre à compteur représenté sur la figure 6. Nous avons opéré parfois sur des échantillons massifs mais surtout sur des poudres de carbures que nous extrayions de l'acier en les déchaussant d'abord par une longue attaque au nital à 40 % d'acide nitrique et que nous arrachions ensuite de la matrice, à l'aide d'un grattoir. Ce traitement doit être répété plusieurs fois si l'on veut obtenir une quantité suffisante de carbures car chaque opération n'en fournit que quelques milligrammes. Nous utilisons la sensibilité $\times 100$ ce qui correspond à une très grande amplification du courant d'ionisation dans le compteur. C'est dans ces conditions que nous avons obtenu le meilleur contraste raie de diffraction-fond continu. Le fond continu était, en effet, considérablement renforcé par la présence du carbone libéré par l'attaque chimique de la matrice. Il n'est d'ailleurs pas exclu qu'une partie des carbures ait été également attaquée par la solution concentrée d'acide nitrique utilisée pour déchausser les carbures.

II.5 Schéma des méthodes expérimentales mises oeuvre.

Nous avons résumé sur un tableau le processus systématique de détermination des phases et des carbures de fer présents après un traitement thermique de revenu donné. En répétant ces traitements à différentes températures, nous avons pu mettre en évidence le mécanisme complet de revenu.

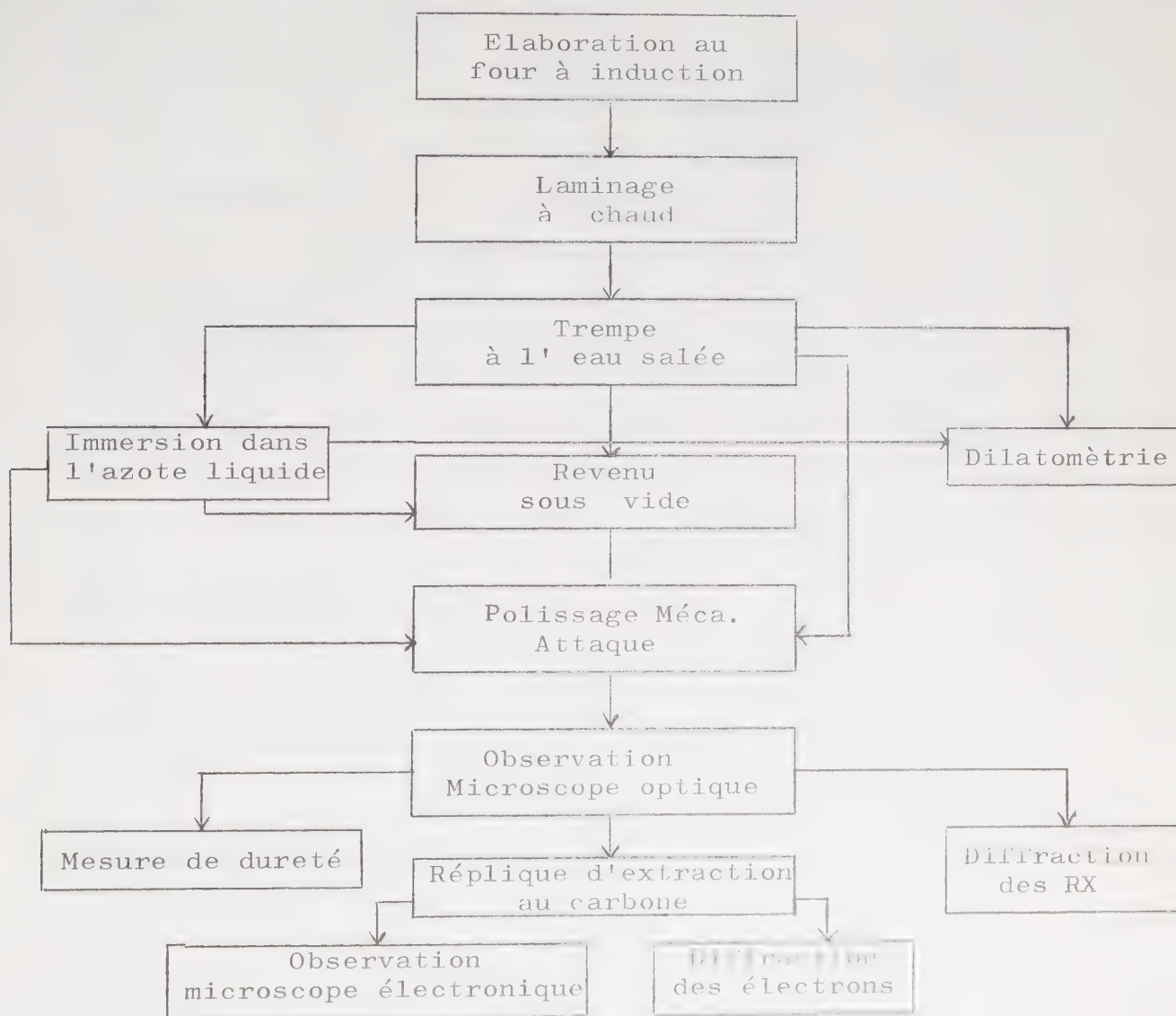


Schéma d'ensemble des méthodes expérimentales

III - ETUDE DES TRANSFORMATIONS PENDANT LE REVENU

On sait que les constituants microscopiques qui apparaissent dans un acier hypereutectoïde ayant subi une trempe martensitique, sont la martensite et l'austénite résiduelle (Annexe I). Au cours du revenu, la matrice austénito-martensitique se décompose progressivement en libérant des carbures qui évoluent également au fur et mesure que l'on fait croître la température.

Après une définition structurale de l'état trempé, nous étudierons :

- la décomposition de la martensite α' à basse température
- l'évolution de la martensite de revenu à bas carbone α''
- l'évolution des carbures de fer précipités
- la décomposition de l'austénite résiduelle

Comme nous l'avons déjà souligné, l'étude des carbures de fer est particulièrement délicate parce qu'ils sont très fins et que l'alliage en contient souvent de très petites quantités. Pour pallier la première difficulté, nous avons utilisé des aciers au molybdène et au manganèse, éléments qui stabilisent les carbures. Pour accroître la proportion de carbures dans l'acier nous avons élaboré un alliage à 2 % de carbone. Ainsi, les phénomènes de précipitation des carbures sont-ils exaltés.

Cependant, tous les résultats trouvés dans ces conditions particulièrement favorables ont été retrouvés sur l'alliage fer-carbone à 1 % de carbone.

La composition des aciers utilisés dans cette étude est donnée dans le tableau suivant

Acier n°	Composition en pour cents			
	C	Si	Mn	Mo
I	2,03			
II	1,57			
III	0,96			
IV	0,63	0,65		
V	0,55	1,14		
VI	0,84	1,38		
VII	0,75		2,23	
VIII	0,25			1,45
IX	0,64			1,85

III.1 Etude structurale de l'état trempé

Il est important de faire une étude de l'état initial trempé avant d'entreprendre toute étude du revenu. Cet état, en effet, a une influence directe sur le mécanisme du revenu. En particulier la teneur de l'alliage en austénite résiduelle est un facteur essentiel.

Les micrographies M : I₁, I₂, I₃, représentant deux échantillons de l'acier I (2,03 % C) mettent en évidence, de façon particulièrement claire, l'importante variation de teneur en austénite résiduelle que l'on peut réaliser en modifiant le procédé de trempe. Les micrographies M : I₁ et M : I₃ montrent l'aspect obtenu après une trempe simple dans l'eau salée à - 5°C et la micrographie M : I₂ la structure obtenue après une trempe étagée eau salée-azote liquide dans laquelle la trempe à l'eau salée est identique à celle qui avait été effectuée dans des micrographies M : I₁ et M : I₃.

On voit que les plages d'austénite résiduelle, grises sur les micrographies M : I₁ et M : I₂ et blanches sur la micrographie M : I₃, sont beaucoup moins importantes dans

le cas de la trempe étagée conduisant à la température de l'azote liquide ($M : I_2$) que dans celui de la trempe simple dans l'eau salée ($M : I_1$ et $M : I_3$). Il faut noter que la transformation de l'austénite résiduelle en martensite, entre -5 et -196°C , s'est effectuée surtout par ramification des aiguilles de martensite déjà formées entre 1130 et -5°C , dans des directions faisant un angle de 60° avec elles. Ces aiguilles de martensite "primaire" sont des troncs d'où partent des "rameaux" souvent très fins de martensite "secondaire" formée entre -5 et -196°C .

Le cliché de rayons X : $RX I_2$ montre nettement, comme la micrographie $M : I_2$, qu'il reste encore un peu d'austénite résiduelle après trempe dans l'azote liquide. Les mêmes phénomènes apparaissent sur les aciers au silicium.

Deux mesures de microdureté faites sur une plage austénitique (300 kg/mm^2) et sur une grosse aiguille de martensite (950 kg/mm^2) confirment nos interprétations. De plus, le cliché $RX I_1$ démontre la présence de l'austénite et de la martensite. L'écart des doublets de la martensite (raies (002) et (200) d'une part et (112) et (211) d'autre part), souligne la forte teneur en carbone de l'acier I (2,03 % de C). En outre, la grande quantité d'austénite est révélée par l'intensité de ses raies.

Nous avons évalué dilatométriquement cette quantité d'austénite résiduelle dans nos aciers trempés. En effet, les courbes dilatométriques (D_1 à D_8) montrent, entre 20 et 120°C , une partie sensiblement linéaire qui correspond à la différence de dilatation entre l'échantillon et l'éprouvette de pyros et dont la pente ne dépend que de la quantité d'austénite résiduelle. Par mesure des pentes de la dilatation de l'austénite par rapport au pyros et de la contraction de la martensite après immersion dans

l'azote liquide, nous avons déterminé les pentes correspondant respectivement à 100 % et à 0 % d'austénite résiduelle. Par comparaison, la pente initiale de la courbe de revenu d'un acier nous renseigne sur sa teneur en austénite après trempe puisque les phénomènes dilatométriques obéissent à la loi des mélanges. Pour l'acier I (2,03 % C), nous avons trouvé une teneur en austénite de l'ordre de 60 % et, pour les autres aciers qui ont environ 1 % de carbone, une teneur comprise entre 10 et 20 %. Ces résultats sont en bon accord avec les courbes données par Cohen M (26) (figure 7). Il faut noter cependant que nous avons une précision très faible aux teneurs en austénite inférieures à 20 %.

Le dosage de l'austénite résiduelle par la méthode radiocristallographique mise au point par Courrier R. (27) donne pour l'acier I (2,03 % C) une teneur comprise entre 41 et 68 %. La dispersion de ces résultats est due au grossissement important du grain pendant l'austénitisation à très haute température (1130°C). Les grains anormalement gros, perturbent les raies de l'austénite et de la martensite. Ainsi les rapports expérimentaux des intensités des raies successives de l'austénite ne correspondent-ils pas aux valeurs obtenues par le calcul. De ce fait, nous n'avons pas pu utiliser cette méthode de dosage de l'austénite résiduelle.

La micrographie M : I_4 , effectuée sur l'acier I (2,03 % C) trempé de 1080°C montre que l'existence de carbures non dissous au cours de l'austénitisation est facile à mettre en évidence. Il n'est pas possible de confondre ces carbures, fortement coalescés, avec des aiguilles de martensite. Cette micrographie (M : I_4) montre également combien il est difficile de dissoudre complètement les carbures dans des alliages aussi riches en carbone. La température de 1080°C s'est révélée insuffisante. Il faut obtenir de façon très précise la température de 1130°C qui correspond à la solubilité maximale du carbone dans le fer γ .

Les conditions sévères dans lesquelles nous avons effectué nos trempes, permettent d'éviter de rencontrer les courbes TTT de transformations perlitique et bainitique, dans le cas d'aciers alliés ou d'aciers fortement chargés en carbone, dont le nez bainitique est repoussé vers les temps élevés par la présence d'éléments d'alliage ou seulement par la forte teneur en carbone. Il n'en va plus de même dans le cas des aciers non alliés à moins de 1 % de carbone dont les courbes TTT n'ont pas encore été complètement tracées à cause de leur période d'induction négligeable. Nous constatons alors qu'une quantité non négligeable de la matrice austénitique subit une transformation bainitique. Cet effet peut être observé sur les bords, très légèrement décarburés, de l'acier III (0,96 % C). Alors que le cliché M : II₁, pris au centre de l'échantillon, révèle une structure austénito-martensitique presque normale, le cliché M : II₂, met en évidence une structure bainitique malgré une trempe rapide dans l'eau salée à - 5°C ($\frac{d\theta}{dt} = 670^\circ\text{C/sec.}$, figure 8).

La petite quantité de bainite (quelques pour cents), formée pendant la trempe, seulement avec l'acier III (0,96 % C), n'influence en aucune façon le mécanisme du revenu car elle ne se décomposera pas pendant ce traitement thermique. Cependant, en montrant qu'elle existe déjà, avant le revenu, nous réfutons l'hypothèse émise par certains auteurs (6) qu'elle se forme au cours du revenu soit de la martensite soit de l'austénite.

Nous considérons donc qu'après trempe dans l'eau salée, nous avons une matrice austénito-martensitique et nous admettons que l'on peut diminuer considérablement l'importance de l'austénite en faisant suivre cette trempe d'une immersion de l'échantillon dans l'azote liquide. Nous pouvons ainsi séparer facilement l'étude des revenus de l'un et de l'autre de ces deux constituants.

III.2 Décomposition de la martensite α' à basse température.

Entre 120 et 180°C, on observe sur les courbes dilatométriques (D_1 à D_8) une contraction importante correspondant à la décomposition de la martensite α' en martensite à bas carbone α'' avec précipitation de carbure ε (voir annexe I) :



L'amplitude de cette contraction est d'autant plus grande que la quantité de martensite après trempe l'est elle-même (D_2). L'immersion de l'échantillon dans l'azote liquide se traduit en effet par une très forte augmentation de la contraction (D_1 , D_5 , D_6)

L'identification de la martensite à bas carbone α'' est possible sur les clichés de diffraction des rayons X (RX:II) qui montrent que les raies des doublets de la martensite, (002) et (200) d'une part, (112) et (211) d'autre part, ne sont plus séparées. Elles ne sont cependant pas complètement confondues, ce qui traduit une différence notable entre les paramètres a et c , conférant à α'' une structure pseudo-cubique (28).

Le carbure ε , trop fin pour donner des raies de Debye-Scherrer intenses, n'apparaît pas nettement sur les clichés. Les raies (100) et (101) de ce carbure sont cependant identifiables (RX : X).

Les clichés de microdiffraction électronique sur les aciers VII (0,75 % C, 2,23 % Mn) et IX (0,64 % C, 1,85 % Mo) (M : XII₂, XIII₁, XVII₂) montrent nettement, par comparaison avec le cliché M : III₃ de l'acier I (2,03 % C), que l'addition de manganèse ou de molybdène permet une meilleure cristallisation du carbure ε pour une même température et une même durée de revenu. L'action stabilisante connue de ces métaux pour la cémentite ou le carbure de Hägg semble se

manifester également dans le cas du carbure $\underline{\epsilon}$. Les aciers au silicium donnent aussi des clichés de diffraction électronique où le carbure $\underline{\epsilon}$ apparaît mieux cristallisé ; mais il faut tenir compte que ces clichés (M : X_1 , X_2 , X_3) sont obtenus à une température (300 et 400°C) où il serait décomposé en l'absence de silicium.

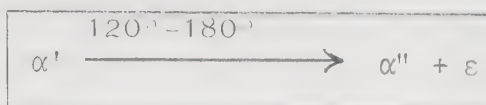
Les micrographies électroniques (M : III_1 , III_2 , VI_1 , IX_1 , XII_1 , $XVII_1$) montrent que, quels que soient les aciers considérés, le carbure $\underline{\epsilon}$ précipite à la fois à l'intérieur des aiguilles de martensite et sur leurs bords. Sa précipitation dans les joints martensite-austénite est d'ailleurs de beaucoup la plus intense. A l'intérieur d'une aiguille de martensite, le carbure $\underline{\epsilon}$ précipite suivant des orientations perpendiculaires entre elles qui correspondent vraisemblablement aux joints de macles de la martensite (M : $XVII_1$). On peut l'expliquer si l'on admet que les atomes de carbone rejetés lors de la formation de $\underline{\alpha''}$ vont se concentrer dans les sous-joints et dans les joints de micro-macles, c'est-à-dire dans les régions les plus riches en défauts dans lesquelles ils précipitent sous forme de carbures.

Nous avons constaté, au début de la décomposition de la martensite, un durcissement qui n'apparaît pas sur nos courbes de dureté (figure 9) puisque nous avons fait nos mesures à la fin de chacune des transformations. Cependant, des mesures effectuées au cours de la décomposition de la martensite sur l'acier VI (0,84 % C, 1,38 % Si) donnent les résultats suivants :

Brut de trempe	Revenu en température croissante jusqu'à 145°C	Revenu en température croissante jusqu'à 200°C
958 H_V	1003 H_V	958 H_V

Ce durcissement structural s'explique par la précipitation très fine du carbure $\underline{\varepsilon}$ dans les sous-joints et les joints de micromacles de toute la matrice martensitique. Mais la formation simultanée de martensite à bas carbone $\underline{\alpha''}$ agit en sens inverse, puisqu'elle entraîne un adoucissement. Ces deux influences qui se contrarient, expliquent le maximum de dureté.

La décomposition de la martensite peut donc être schématisée de la façon suivante :



III.3 Evolution de la martensite à bas carbone α''

Alors que la transformation de la martensite $\underline{\alpha'}$ en martensite $\underline{\alpha''}$ est pratiquement discontinue, l'évolution de cette dernière vers la ferrite $\underline{\alpha}$ et la cémentite, s'effectue de façon continue. L'élimination du carbone de la matrice est parfaitement continue ainsi que l'évolution corrélative de la structure pseudo-cubique $\underline{\alpha''}$ vers la structure cubique $\underline{\alpha}$. Cette évolution progressive se traduit par une variation continue de la valeur du paramètre $\underline{c}$ de $\underline{\alpha''}$ qui tend vers $\underline{a}$. La série de clichés de rayons X (RX : II_2 , II_3 , II_4 , II_2) obtenus sur l'acier VII (0,75% C, 2,23 % Mn) revenu à différentes températures, met en évidence un amincissement progressif des raies caractéristiques de $\underline{\alpha''}$, correspondant aux anciens doublets de la martensite, tendent à s'affiner pour ne donner enfin que les raies de la phase $\underline{\alpha}$. On peut admettre, pour la ferrite obtenue par revenu de la martensite à une température supérieure à 500°C, que les raies des doublets (002) et (200), (112) et (211), (220) et (022) sont parfaitement confondues.

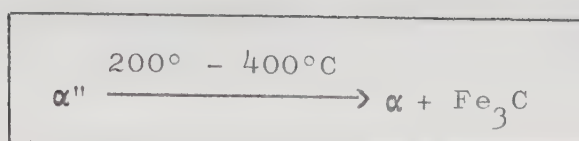
L'appauvrissement continu de la matrice en carbone est le principal facteur de la diminution de dureté pendant le revenu au delà de 150°C (figure 9).

Nous avons déterminé la teneur en carbone de la phase α'' en mesurant ses paramètres a et c sur les clichés de rayons X et en lisant l'abscisse correspondant aux valeurs du graphique qui donne les variations des paramètres de la martensite en fonction de sa teneur en carbone (figure 10). Nous trouvons 0,25 % de carbone, ce qui semble en bon accord avec les valeurs données par la littérature qui oscillent entre 0,25 % et 0,30 %.

Ce résultat est confirmé par le cliché (RX : I_3) qui montre que l'acier VIII (0,25 % C, 1,45 % Mo) donne directement, après trempe, de la martensite à bas carbone α'' . En effet, la courbe dilatométrique (D_7) de revenu de cet acier présente, entre 20 et 220°C, une partie rectiligne correspondant à une simple dilatation. On n'observe en particulier, entre 120 et 180°C, aucune précipitation de carbure $\underline{\epsilon}$, comme ce serait le cas dans les alliages à plus forte teneur en carbone. Cette absence de carbure $\underline{\epsilon}$ a été vérifiée de façon très minutieuse au microscope électronique. De plus, on n'observe pas la formation de carbure de Hägg quand on poursuit le revenu au delà de 250°C. On remarque sur la courbe que seul le carbure qui précipite est la cémentite qui se forme entre 220 et 380°C pendant le revenu de la matrice α'' . Cette cémentite est fine et possède une structure lamellaire imposée par ses relations d'épitaxie avec la matrice α'' (M:XVII₃). En comparant ce cliché (M : XVII₃) avec le cliché (M : XIV₂) obtenu sur l'acier VII (0,75 % C, 2,23 % Mn), trempé puis revenu pendant 3 heures à 300°C, on peut comprendre la genèse de cette cémentite et du carbure de Hägg. Alors que la cémentite provient de la décomposition de la phase α'' qui existe seule sur l'acier à 0,25 % C, le carbure de Hägg provient de la décomposition du carbure $\underline{\epsilon}$ formé, dans l'acier à 0,75 % C par revenu à basse température de la phase α' .

Cette discussion met en évidence la transformation continue de la martensite à bas carbone en ferrite et

cémentite, que nous écrirons :



III.4 Evolution des carbures de fer précipités au cours du revenu

Nous avons vu plus haut que la décomposition de la martensite α' se fait en donnant la martensite à bas carbone α'' avec précipitation, entre 120 et 180°C, du carbure $\underline{\epsilon}$. Après avoir expliqué le comportement de la matrice α'' , par élévation de la température de revenu, nous allons étudier celui des carbures.

Bien que la formule exacte du carbure $\underline{\epsilon}$ ne soit pas connue, les auteurs admettent généralement que c'est le carbure de fer le plus riche en carbone et lui donnent une formule qui varie entre Fe_2C et $\text{Fe}_{2,5}\text{C}$, suivant les méthodes de recherche. Quant à nous, nos calculs, faits à partir de mesures dilatométriques, nous amènent à lui attribuer une formule très voisine de $\text{Fe}_{2,2}\text{C}$ (Annexe II).

III.4.1 Transformation du carbure $\underline{\epsilon}$ en carbure de Hägg (χ).

Les courbes dilatométriques (D_1 , D_2 , D_6) de revenu d'aciers, trempés dans l'eau salée puis immergés dans l'azote liquide, donc sans austénite retenue, présentent entre 180 et 280°C une partie rectiligne qui correspond au domaine dans lequel le carbure $\underline{\epsilon}$ est stable. Nous attribuons le brusque changement de pente que l'on observe à 280°C au début de la transformation du carbure $\underline{\epsilon}$ en carbure de Hägg (χ). Le calcul du volume moyen de l'atome de fer dans ces deux carbures explique que le passage du premier ($\bar{V}_{\epsilon} = 14,31 \text{ (\AA)}^3$) au second ($\bar{V}_{\chi} = 13,37 \text{ (\AA)}^3$) se traduise, sur les dilatométries, par une

forte contraction. Elle s'ajoute d'ailleurs, dans ce domaine de température à celle qu'apporte la diminution du volume moyen de l'atome de fer dans la matrice α'' pendant le rejet de carbone.

Toutefois, nous devons préciser nos méthodes d'identification du carbure de Hägg (ou carbure χ). Cette identification est particulièrement délicate parce que ce carbure a une structure très voisine de celle de la cémentite (Annexe I). Or, comme nous l'avons déjà vu, le carbure de Hägg se trouve toujours, à 300°C, en présence de cémentite provenant de la décomposition de la martensite à bas carbone α'' .

Les clichés de microdiffraction électronique du carbure de Hägg ($M : IV_2, VII_2, XI_3, XIII_2, XV_2, XVIII_2$) contiennent un très grand nombre d'anneaux, parfois assez flous, situés dans la région où la cémentite possède elle-même de très nombreuses taches de diffraction. Leur interprétation est très délicate. Cependant les distances interréticulaires d_{hkl} que nous avons mesurées, concordent bien avec celles que nous avons calculées à partir des données de Michel A. (33). D'ailleurs, grâce au groupement de certains anneaux et à une comparaison minutieuse des intensités, nous avons pu établir une identité indiscutable entre nos clichés et des clichés de carbure de Hägg synthétique (19) publiés dans la littérature.

La diffraction des rayons X a pleinement confirmé ce résultat.

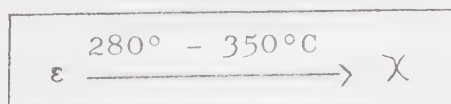
Les clichés obtenus sur l'acier I (2,03 % C) qui, grâce à sa forte teneur en carbone, donne des précipitations de carbure en quantité notable, permettent de différencier par comparaison le carbure de Hägg extrait (voir paragraphe II.4.3.2) après revenu à 300°C (RX : IV_2), de la cémentite, extraite après revenu à 515°C (RX : IV_3). Les

raies caractéristiques de ces deux carbures, bien que très voisines, ne sont pas superposables et, surtout, leurs intensités relatives, sont totalement différentes.

Cette dernière remarque n'est cependant pas suffisante pour distinguer les deux carbures avec certitude car les différences d'intensité pourraient provenir d'une croissance de la cémentite suivant des directions préférentielles. Or, les rapports d'intensité des raies de la cémentite sont les mêmes à 260°C (RX : VII) et à 515°C (RX : IV₃) ce qui exclut totalement l'hypothèse d'une texture d'orientation. La faiblesse des raies de cémentite sur le cliché RX:IV₁ s'explique par le fait qu'il s'agit de cémentite provenant de la décomposition de la martensite α'' . Elle est en très faible quantité.

Tous ces arguments nous permettent d'identifier le carbure formé à partir du carbure $\underline{\epsilon}$ comme du carbure de Hägg. D'ailleurs, les rapports des intensités des raies de ce carbure coïncident avec ceux que donnent Sénateur J.P. et Frochart R. (29), dans le cas du carbure $\underline{\chi}$ de synthèse sur lequel ils ont établi sa structure monoclinique et sa formule Fe_5C_2 .

Comme les courbes dilatométriques montrent, pour les aciers I (2,03 % C) et III (0,96 % C), (D_1 , D_2), ainsi que pour les aciers alliés VII (0,75 % C, 2,23 % Mn), (D_6) et IX (0,64 % C, 1,85 % Mo), (D_8), que la contraction due à la transformation du carbure $\underline{\epsilon}$ en carbure $\underline{\chi}$ se produit entre 280 et 350°C, nous écrirons :



Remarquons que, pour les aciers au silicium, élément qui stabilise le carbure $\underline{\epsilon}$, on observe le même phénomène dans un domaine nettement plus élevé de températures, soit 380-430°C.

III.4.2 Transformation du carbure de Hägg en cémentite

Sur tous les aciers étudiés, revenus à une température de 515°C pendant 6 heures, nous avons identifié la cémentite par diffraction des rayons X (RX : IV_3 , V_3). Cette cémentite, fortement coalescée d'après les micrographies électroniques (M : V_2 , V_5 , VIII, $VIII_3$, XVI_2), est beaucoup trop épaisse pour donner un cliché de diffraction des électrons.

La légère contraction que l'on observe sur les dilatométries D_2 , D_4 , D_8 entre 450 et 500°C, s'explique par la transformation :



Les données structurales montrent, en effet, que le passage du carbure de Hägg, dans lequel le volume moyen de l'atome de fer est $13,37 (\text{\AA})^3$, à la cémentite (volume moyen de l'atome de fer $12,94 (\text{\AA})^3$) se fait avec une petite contraction.

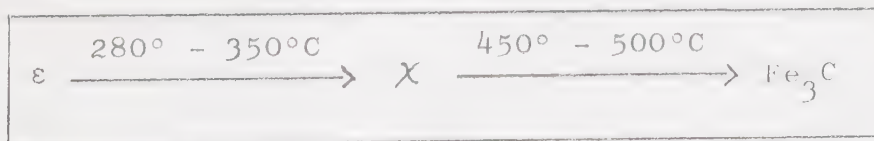
La similitude de structure de ces deux carbures, que nous avons déjà soulignée, rend très facile le passage du premier au second.

L'étude par micrographie électronique de l'évolution des carbures de fer pendant le revenu nous permet de justifier le mécanisme que nous proposons par rapport à celui qui était admis jusqu'ici. En effet, les auteurs qui avaient réfuté la transformation directe "in situ", du carbure $\underline{\epsilon}$ en cémentite, avaient montré que la cémentite précipite après mise en solution du carbure $\underline{\epsilon}$. Ils prévoyaient ainsi un stade intermédiaire qui, d'après nous, serait le carbure de Hägg.

Sur la micrographie électronique (M : VII₃), nous observons deux plages dans lesquelles se trouvent des carbures de structures très différentes : il s'agit, sur la plage de gauche de cémentite et sur la plage de droite de carbure χ . La cémentite, provenant de la phase α'' , est finement orientée et très bien cristallisée, comme le montre le cliché de microdiffraction correspondant (M : VII₄). Le carbure de Hägg qui, à l'observation directe, paraît plus gros et mieux orienté, donne, au contraire, un cliché de microdiffraction à anneaux ponctués et diffus qui mettent en évidence une grande hétérogénéité de cristallisation. A côté de cristallites bien formés mais orientés dans toutes les directions, se trouvent des cristaux très fins qui donnent un fond diffus.

Sur la micrographie (M : VII₁) on reconnaît une ancienne aiguille de martensite : les bords sont marqués par une forte densité de précipité de carbure χ . Ce carbure s'est formé également mais en plus faible quantité, à l'intérieur de l'aiguille. On voit que la morphologie de précipitation du carbure de Hägg est identique à celle du carbure $\underline{\epsilon}$, formé à plus basse température. Cette observation nous semble constituer un argument supplémentaire en faveur du processus de transformation directe du carbure $\underline{\epsilon}$ en carbure χ .

Notre étude sur la précipitation des carbures de fer pendant le revenu nous amène donc à admettre une évolution continue du carbure $\underline{\epsilon}$ vers la cémentite en passant par le carbure de Hägg :



Pour le vérifier directement au microscope électronique, nous avons chauffé volontairement une réplique d'extraction de carbure $\underline{\epsilon}$ (M : XIII₁) en augmentant l'intensité du faisceau d'électrons. Le cliché de fibres de carbure $\underline{\epsilon}$, s'est

transformé, sous nos yeux, en cliché d'anneaux continus du carbure $\underline{\chi}$ (M : XIII₂). Malheureusement, notre réplique s'est ensuite contaminée et nous n'avons pas pu observer la transformation $\chi \longrightarrow \text{Fe}_3\text{C}$.

III.5 Décomposition de l'austénite résiduelle

L'étude structurale d'un acier trempé dans l'eau salée révèle la présence, plus ou moins importante, d'austénite résiduelle (voir III.1). La décomposition de cette austénite pendant le revenu se traduit, à partir de 250°C, sur les courbes dilatométriques (D_1 à D_8) par une expansion liée à la quantité d'austénite.

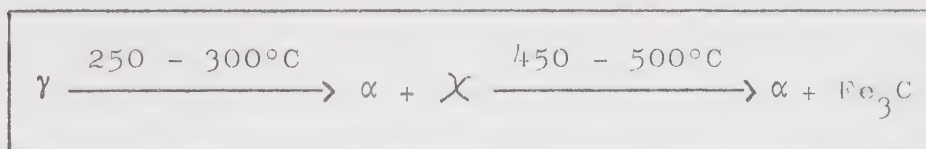
Pour l'acier III (0,96 % C), la dilatométrie montre que l'austénite se décompose au début de la transformation $\epsilon \longrightarrow \chi$, tandis que pour l'acier VII (0,75 % C, 2,23 % Mn), les deux phénomènes sont pratiquement superposés. Nous nous sommes placés à la fin de chacune des transformations pour en identifier les produits. Nous avons décelé, par diffraction des électrons et des rayons X sur l'acier I qui contient, après trempe, environ 60 % d'austénite, le carbure de Hägg comme produit de décomposition de cette phase. La matrice austénitique devient alors ferritique. Cette précipitation se traduit sur la courbe de dureté par un maximum très prononcé (figure 9). Cet accroissement considérable du durcissement était d'ailleurs prévisible étant donné la forte teneur de l'alliage en austénite résiduelle.

Notre étude ne nous permet pas de réfuter l'hypothèse selon laquelle l'austénite se décomposerait en donnant intermédiairement du carbure $\underline{\epsilon}$ qui se décomposerait aussitôt à la même température en carbure $\underline{\chi}$. Cette hypothèse semble d'ailleurs vérifiée dans le cas des aciers au silicium. En effet, sur l'acier VI (0,85 % C, 1,38 % Si) revenu pendant

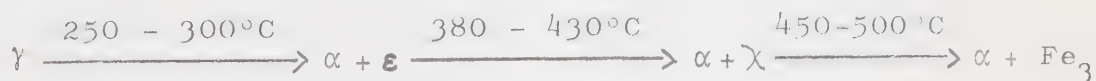
15 heures, à 300°C, nous avons identifié, par microdiffraction électronique, le carbure $\underline{\epsilon}$ après décomposition de l'austénite (M : IX₂). Ce carbure, du fait de la présence de silicium dans l'acier, ne donne le carbure de Hägg qu'à une température beaucoup plus élevée, comme nous l'avons déjà vu.

Cependant, puisque nous ne considérons que la fin des transformations, nous admettrons que le carbure, précipité à partir de l'austénite résiduelle, est celui qui est stable dans le domaine de température où il précipite. Ces domaines, que l'on détermine facilement par dilatométrie, sont plus ou moins déplacés par les éléments d'alliage.

Nous écrivons donc :



pour tous les aciers que nous avons étudiés, sauf pour les aciers au silicium. Pour ces derniers, il faut écrire :

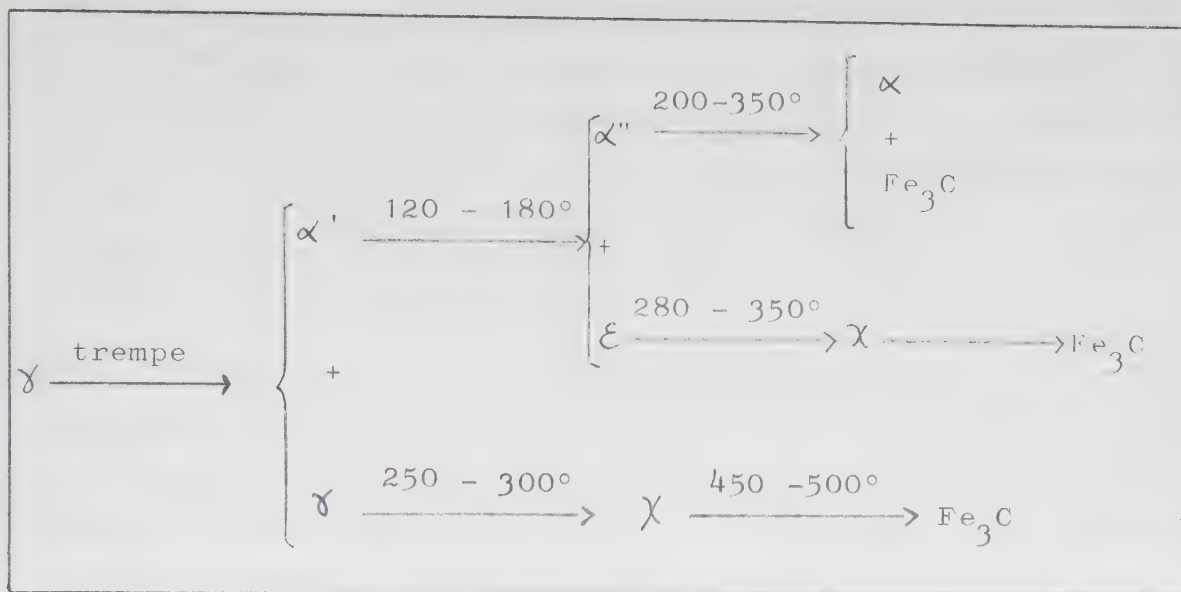


IV - CONCLUSIONS

Nous avons étudié les transformations qui se produisent au cours du revenu des aciers trempés, par analyse dilatométrique, par micrographies optique et électronique, par microdiffraction des électrons et par diffraction des rayons X. Nous avons ainsi suivi l'évolution de la matrice et observé les carbures qui précipitent en fonction de la température de revenu.

Nous avons résolu un certain nombre de difficultés en jouant sur plusieurs paramètres ce qui nous a permis d'étudier séparément des phénomènes qui, très souvent, se produisent ensemble. Les paramètres sur lesquels nous avons pu agir sont essentiellement : la teneur de l'alliage en carbone, l'addition de certains éléments d'alliages et les conditions de trempe. C'est ainsi que nous avons pu étudier isolément la décomposition de la martensite primaire de trempe α' , de la martensite de revenu à bas carbone α'' et de l'austénite résiduelle γ qui sont les trois phases qui peuvent participer à la structure de la matrice. Nous avons étudié ensuite les transformations du précipité de carbure en nous plaçant dans le cas le plus favorable à son identification. Cette dernière observation concerne surtout le carbure de Hägg dont la présence dans les produits de revenu de la martensite ou de l'austénite a fait l'objet de nombreuses controverses. Cependant, chaque fois que nous l'avons identifié de façon sûre dans un cas particulièrement favorable, nous l'avons retrouvé ensuite dans des cas où son observation est très délicate (Acier III:0,96% C).

Notre étude aboutit finalement, pour l'alliage fer-carbone hypereutectoïde, au schéma de transformations suivant :



Ce schéma est en parfait accord avec des mécanismes établis par des études thermomagnétiques (14) et par des mesures de chaleurs spécifiques (8). De plus, l'évolution des carbures de fer pendant le revenu est identique à celle des mêmes carbures de fer de synthèse (18). Cependant, les températures de transformations sont notablement différentes. Ce résultat est assez normal puisque les premiers évoluent dans une matrice qui les soumet à certaines contraintes alors que les seconds se transforment librement.

Cette étude qui nous a permis de tirer des conclusions relatives au binaire fer-carbone à 1 % de carbone, par le biais d'une étude parallèle, grandement facilitée par l'addition d'éléments d'alliages, présente également un intérêt certain par les conclusions relatives à l'influence de ces éléments sur le mécanisme général du revenu des aciers.

Ainsi les recherches effectuées avec du silicium, du molybdène, ou du manganèse, nous ont permis de déterminer, pour les carbures de revenu, des "domaines de précipitation".

Cela revient à dire que, dans ces phénomènes, la température de revenu joue un rôle beaucoup plus important que la nature de la matrice. Il est, en effet, tout à fait remarquable que la décomposition de l'austénite à 300°C donne, en présence du silicium, du carbure $\underline{\epsilon}$, et, en présence de manganèse, du carbure de Hägg. Ce fait s'explique par la propriété du silicium d'élever dans l'échelle des températures, le domaine de métastabilité du carbure $\underline{\epsilon}$.

Il serait intéressant d'essayer d'étendre ces observations à l'étude des processus de formation de la bainite, c'est-à-dire, finalement, de comparer les structures obtenues et, également peut être, les cinétiques des transformations réalisées, dans le même alliage, soit par revenu après trempe jusqu'à la température ordinaire, soit par trempe étagée.

Au cours de notre travail, nous avons été amenés à comparer la nature des renseignements et l'efficacité des quatre techniques de recherche que nous avons utilisées.

Grâce à son extrême sensibilité, qualifiée à juste titre "d'exquise" par son Maître incontesté, le Professeur Pierre Chévenard, la dilatométrie différentielle en température croissante nous a permis de déterminer, de façon précise, les domaines de précipitation, au sein de la matrice austénito-martensitique, des différents carbures de fer.

La micrographie optique et la micrographie électronique donnent des renseignements précieux sur la morphologie des carbures et permettent même de les distinguer les uns des autres lorsqu'on a pu, au préalable, les identifier par microdiffraction des électrons. Le carbure $\underline{\epsilon}$ même lorsqu'il s'est formé à basse température, peut toujours être observé au microscope électronique. Le carbure

de Hägg, pratiquement indiscernable au microscope optique, se présente, au microscope électronique, sous la forme très fréquente de petits bâtonnets et sous la forme plus rare de sphérulites. La cémentite de revenu, dont on soupçonne à peine l'existence au microscope optique, peut être observée au microscope électronique sous la forme de gros nodules coalescés et parfois même de très fines lamelles.

La microdiffraction des électrons nous a permis d'identifier, de façon certaine, même les carbures les plus fins. Le carbure ε présente le plus souvent une texture de fibres simple ou multiple tout à fait caractéristique. Le carbure de Hägg se présente souvent sous la forme de cristallites de tailles variées et d'orientations réparties au hasard. Le caractère essentiel de sa microstructure est précisément une grande hétérogénéité de tailles et d'orientations. La cémentite donne des clichés de diffraction de cristaux lamellaires présentant parfois des systèmes de lignes de Kikuchi extrêmement nets.

La diffraction des rayons X, à l'opposé de la microdiffraction des électrons, donne des renseignements moyens sur les types de carbures qui existent dans l'alliage à la température de revenu. Grâce à un procédé de déchaussement et d'extraction de la matrice, nous sommes parvenus à identifier le carbure de Hägg et à le distinguer de la cémentite dans des conditions particulièrement satisfaisantes. La microdiffraction des électrons donne parfois des documents assez confus sur lesquels cette identification et cette distinction sont très délicates et même assez aléatoires.

ANNEXE I

Rappel des connaissances actuelles sur la structure des solutions solides et des carbures que nous avons rencontrés au cours de notre étude

1 - L'austénite

On sait que l'austénite est une solution solide, par insertion de carbone dans le fer γ dont le réseau est cubique à faces centrées. Les sites possibles des atomes de carbone sont les centres des interstices octaédriques, c'est-à-dire le centre de la maille et le milieu des arêtes (figure 11) qui, dans un réseau cubique à faces centrées, sont des points homologues. Dans ces interstices, on peut inscrire une sphère de $0,52 \text{ \AA}$ de rayon. Ils sont donc nettement plus petits qu'un atome de carbone dont le rayon est de l'ordre de $0,75 \text{ \AA}$, mais ils sont loin d'être tous occupés, même à la limite de saturation (1,7 % en poids à 1130°C).

2 - La martensite α' (de trempe)

La martensite α' est aussi une solution solide sursaturée de carbone dans le fer. Son réseau quadratique centré (figure 12) dérive du réseau cubique centré du fer α par une légère déformation (28). Dans la martensite comme dans l'austénite, les atomes de carbone occupent des interstices octaédriques. Toutes ces positions ne sont pas occupées.

L'atome de carbone, inséré de force dans un octaèdre trop petit, est soumis à des forces de tension considérables. C'est la réaction de cet atome contre une telle situation qui provoque la déformation de la maille cubique et la rend quadratique.

La figure 10 indique les variations de c et a en fonction de la teneur en carbone de la martensite.

3 - La martensite à bas carbone α'' .

On désigne ainsi la martensite formée, au cours du revenu, à partir de la martensite α' . Sa composition est voisine de 0,25 % en carbone. Cette teneur, indépendante de la teneur de l'austénite initiale, décroît progressivement au cours de revenus effectués à des températures supérieures à 200°C. Parallèlement, sa structure pseudo cubique tend vers la structure cubique de la ferrite.

4 - La ferrite α .

C'est une solution solide, par insertion de carbone dans le fer α . A la différence de l'austénite et de la martensite, les positions possibles des atomes de carbone sont des espaces interstitiels tétraédriques (figure 13). Le rayon de la sphère inscriptible dans ces espaces n'est que de 0,36 Å contre 0,77 Å pour l'atome de carbone. La dissolution de carbone y est donc bien plus limitée que dans l'austénite (0,025 % au maximum, à 723°C).

La matrice ferritique est le terme final de l'évolution de la matrice austénito-martensitique pendant le revenu.

5 - Le carbure ϵ .

Ce carbure, de structure hexagonale, n'est pas encore parfaitement connu. Jack K.H. (7), Okétani S. et Nagakura S. (18), Heidenreich R.D., Sturkey L. et Woods M.L. (10) affirment que sa structure est compacte. Il est isomorphe du nitrure de fer ϵ Fe_3N . Hofer L.J., Cohen E.M., Peebles (30) prétendent le contraire.

Il a pour paramètre $a = 2,757$ kX, $c = 4,346$ kX et $\frac{c}{a} = 1,576$. Il est ferromagnétique : son point de Curie, certainement supérieur à 360°C , n'a jamais été déterminé, car il se décompose avant cette température (31). Son instabilité est certainement liée à la grande distance qui sépare les atomes de fer. Cette distance, comprise entre $2,70$ et $2,76$ Å est nettement supérieure au diamètre $D_{\text{Fe}} = 2,48$ Å de l'atome de fer.

La composition de ce carbure est aussi mal connue. Les différents auteurs qui l'ont étudiée semblent d'accord sur le fait qu'il est très riche en carbone. Ils proposent des formules qui varient entre Fe_2C et $\text{Fe}_{2.5}\text{C}$.

Nos calculs dilatométriques nous permettent de proposer pour le carbure ε une structure hexagonale compacte comprenant 6 atomes de fer par maille et la formule $\text{Fe}_{2,2}\text{C}$.

6 - Le carbure de Hägg (χ).

Ce carbure, identifié pour la première fois par Hägg, a été obtenu synthétiquement par Jack K.H. (32) qui carburait à 400°C du nitrure de fer ε Fe_3N dans le mélange $\text{CO} + \text{H}_2$ et puis par Okétani S. et Trillat J.J. (19) qui cémentaient, par réaction dans l'état solide, des films de fer pur.

La structure du carbure de Hägg, isomorphe du carbure de manganèse Mn_5C_2 , est monoclinique (33) :

groupe spatial $C 2/c = C_{26}^6$

paramètres cristallins $\left(\begin{array}{l} a = 11,56 \text{ Å} \\ b = 4,573 \text{ Å} \\ c = 5,058 \text{ Å} \end{array} \right.$

$\beta = 97^\circ 44'$

Sa formule serait Fe_5C_2 ; il y aurait 4 groupements Fe_5C_2 par maille.

C'est un composé ferromagnétique, dont le point de Curie est situé entre 237°C et 265°C , qui se décompose vers 500°C en donnant de la cémentite et du carbone.

Fruchart R. et Sénateur J.P. (29) (34) ont mis en évidence l'analogie frappante des motifs cristallins des deux carbures de fer Fe_3C et Fe_5C_2 , que l'on peut, d'ailleurs, prévoir par comparaison des paramètres. A quelques très légères déformations près, ils retrouvent, dans le carbure de Hägg, les nappes de prismes de la cémentite, accolées par paires (figure 14). Cette analogie structurale explique, selon eux, la même action, stabilisante ou déstabilisante, d'un élément donné sur les deux carbures.

7 - La cémentite

C'est le carbure de fer le mieux connu parce que le moins instable. Pour cette raison, il apparaît en fin de revenu. Sa structure est orthorhombique, groupe de symétrie $\text{Pbm}\bar{n} = D_{2h}^{16}$ $a = 4,526 \text{ \AA}$ $b = 5,087 \text{ \AA}$ $c = 6,744 \text{ \AA}$; son point de Curie se situe entre 210 et 215°C .

Dans la cémentite, les atomes de fer sont disposés en assemblages prismatiques droits à base triangulaire. Le carbone se place dans le plan médian du prisme, à égale distance des bases (figure 15) (35). On peut représenter la structure de la cémentite sous une forme bidimensionnelle (figure 16), grâce à la superposition des nappes de prismes.

Le réseau de la cémentite contient deux types d'atomes de fer que l'on désigne habituellement par Fe_I et Fe_{II} .

D'après Michel A. (35), les liaisons s'établissent de la manière suivante :

- le carbone échange deux liens de covalence avec un atome de fer I.

- il échange un lien simple avec deux atomes de fer II.

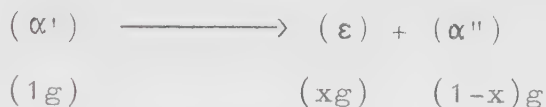
- les deux atomes de fer II les plus voisins ($2,49 \text{ \AA}$) échangent un lien de covalence.

La cémentite est moins instable que les autres carbures. La réaction de décomposition $\text{Fe}_3\text{C} \longrightarrow 3 \text{ Fe} + \text{C}$ débute vers 650°C . Son domaine de métastabilité est élargi par l'addition de métaux dont le rayon atomique est supérieur à celui du fer. C'est notamment le cas du manganèse et du molybdène qui se substituent aux atomes de fer et renforcent ainsi les liaisons.

ANNEXE II

Essai de détermination de la formule du carbure ϵ à partir des mesures dilatométriques.

A la fin de la transformation $\alpha' \longrightarrow \alpha'' + \epsilon$ nous faisons le bilan de matière :



Nous écrivons la loi des mélanges à laquelle obéissent les phénomènes dilatométriques.

$$\frac{\Delta L}{L} = \frac{1}{3} \frac{x \bar{V}_{Fe\epsilon} + (1-x) \bar{V}_{Fe\alpha''} - \bar{V}_{Fe\alpha'}}{\bar{V}_{Fe\alpha'}} \quad \text{Equation 1}$$

avec

x : poids de carbure ϵ formé dans un gramme d'alliage

$1-x$: poids de martensite à bas carbone α'' (0,25 % de C)

$\bar{V}_{Fe\epsilon}$: volume moyen de l'atome de fer dans ϵ

$\bar{V}_{\alpha'}$: volume moyen de l'atome de fer dans α'

$\bar{V}_{\alpha''}$: volume moyen de l'atome de fer dans α''

A partir de la courbe de variations des paramètres a et c de la martensite tétragonale en fonction de la teneur en carbone, nous avons trouvé pour l'acier III à 0,96 % de carbone :

$$\bar{V}_{Fe\alpha'} = 12,08 \text{ (\AA)}^3$$

$$\bar{V}_{Fe\alpha''} = 11,82 \text{ (\AA)}^3$$

Pour le carbure ϵ , nous avons trouvé $\bar{V}_{Fe\epsilon} = 14,31 \text{ (\AA)}^3$ en admettant qu'il a la structure hexagonale compacte que suggèrent ses propriétés d'isomorphisme avec le nitrure de fer Fe_3N . La maille contient 6 atomes de fer.

Si nous désignons par $\underline{n}$ le rapport du nombre d'atomes de fer au nombre d'atomes de carbone dans le carbure $\underline{\epsilon}$, la conservation du nombre d'atomes de carbone pendant la transformation s'écrit :

$$0,0096 = x \frac{12,01}{12,01 + 55,85n} + (1-x) 0,0025 \quad \text{Equation 2}$$

A partir des équations (1) et (2) on peut établir le tableau suivant qui permet de comparer les valeurs de $\frac{\Delta L}{L}$ calculées en fonction de n , à la valeur expérimentale : $\frac{\Delta L}{L} = -1,55 \cdot 10^{-3} \pm 0,05 \cdot 10^{-3}$.

n	Formule du carbure	% de C en atome	% de C en poids	x	$\frac{\Delta L}{L}$ calc	$\frac{\Delta L}{L}$ mes/ $\frac{\Delta L}{L}$ calc.
2,4	$\text{Fe}_{2,4}\text{C}$	29,4	8,22	0,0981	$-1,05 \cdot 10^{-3}$	1,47
2,2	$\text{Fe}_{2,2}\text{C}$	31,0	8,9	0,0821	$-1,53 \cdot 10^{-3}$	1,01
2	Fe_2C	33,3	9,7	0,0751	$-2,01 \cdot 10^{-3}$	0,77

Ce tableau nous conduit à proposer, pour le carbure $\underline{\epsilon}$ que nous avons étudié la formule $\text{Fe}_{2,2}\text{C}$. Cette formule est un peu différente de la formule $\text{Fe}_{2,4}\text{C}$ proposée indépendamment par Lement B. S. (36) et par Menster M. (9).

ANNEXE III

Identification du carbure ϵ

Distances interréticulaires calculées à partir
des clichés de microdiffraction des électrons.

h k l	d_{hkl} (Å) calc.	d_{hkl} (Å) théor.
0 1 1	2,08	2,08
0 1 2	1,60	1,60
1 1 0	1,37	1,36
0 1 3	1,23 ⁴	1,23
0 2 1	1,143	1,15
0 2 2	1,041	1,03
1 2 0	0,896	0,91

ANNEXE IV

Identification du carbure de Hägg

Distances interréticulaires calculées à partir des clichés de microdiffraction des électrons.

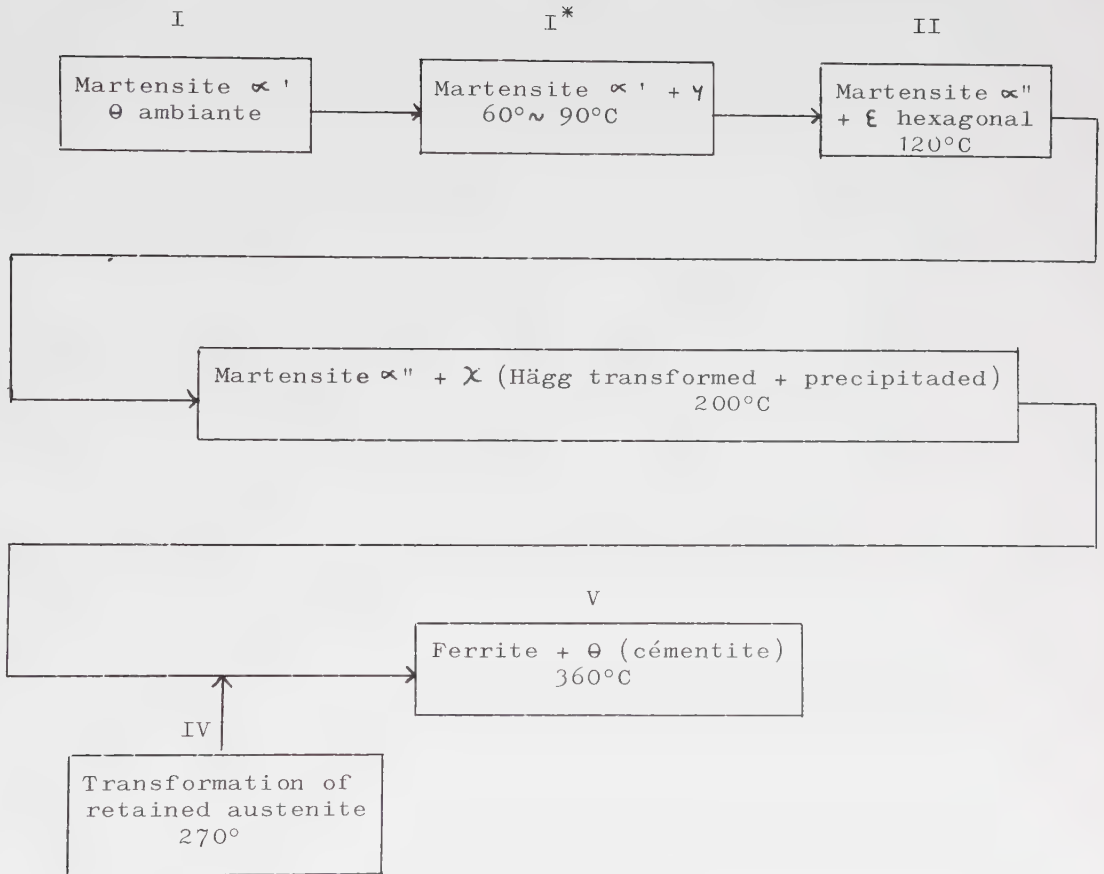
h k l	$d_{hkl}(\text{\AA})$ calc.	$d_{hkl}(\text{\AA})$ mes.
0 0 2	2,506	2,54
3 1 1	2,423	) 2,43
2 0 $\bar{2}$	2,418	
0 2 0	2,287	
1 1 $\bar{2}$	2,206	) 2,21
2 0 2	2,190	
1 1 2	2,112	) 2,13
0 2 1	2,080	
5 1 0	2,049	) $\updownarrow$
4 0 $\bar{2}$	2,025	
3 1 $\bar{2}$	2,010	
5 1 $\bar{1}$	1,982	) 1,89
2 2 1	1,919	
6 0 0	1,912	
.....		
4 2 0	1,790	) 1,78
4 0 2	1,774	
.....		
2 2 2	1,583	1,59
7 1 0	1,543	1,54
.....		
9 1 0	1,228	) 1,22
6 2 2	1,213	
.....		
9 1 1	1,159	) 1,16
8 2 1	1,151	
.....		
5 3 2	1,101	) 1,10
0 2 4	1,099	

BIBLIOGRAPHIE

- (1) Projet d'Euronorm : Définition des termes des traitements thermiques CECA/GT 21, Fr. Eu. Mars 1961
- (2) "Metals Handbook" American Society of Metals (1961)
- (3) APAEV B.A. Fiz. metal. i metalloved, 9, n°3, (1960) 400-404
- (4) ARBUSOV M.P. et KURDJUMOV G.V. J. Phys. Acad. Sci. (URSS) 5 (1941) 101-109
- (5) ANTIA D.P., FLETCHER S.G. et COHEN M. Trans. Amer. Soc. Metals 32 (1944) 290-324
- (6) OWEN W.S. Jour. Iron Steel Inst. 177 (1954) 445
- (7) JACK K.H. Jour. Iron Steel Inst. 169 (1951) 26
- (8) OKETANI S. "Tetsuto Hagane, Jap. XLII n°8 674
- (9) MENSTER M. Trans. A.S.M. 51 (1959) 517
- (10) HEIDENREICH R.D., STURKEY et WOODS Nature 157 (1946) 158
- (11) ISAICHEV I.V. Zhur. Techn.Fiz. 17 (1947) 839
- (12) KOSTER W. et BANOERT T.L. Archiv. Eisenhütten. Xes 25 (1954) 231
- (13) HAGG G. Zeitschrift für Kristal. 89 (1934) 92
- (14) POMEY J. et COUDRAY R. C.R. Ac. Sc. 237 (1953) 62
- (15) CRAFT W. et LAMONT J.L. Trans. Amer. Inst. Min. Met. 180 (1949) 471
- (16) GRANGLE I. et SUCKSMITH W. J. Iron Steel 168 (1951) 141
- (17) ROBERT C. J. Metals 188 (1950) 1210
- (18) OKETANI S. et NAGAKURAS J. Japan Inst. Metals XX n° 8 1956, 460
- (19) OKETANI S. et TRILLAT J.J. Métaux Corrosion Industries n° 308 (1951) 145
- (20) MARION F. et FAIVRE R. Rev. Mét. 55 (1958) 459
- (21) BAUMANN T. et FAIVRE R. C.R. Ac. Sc. 254 (1962) 96
- (22) ENTRINGER M. et BIGOT R. C.R. Ac. Sc. 258 (1964) 578
- (23) MIGNOT B. et BIGOT R. Journées Metallurgiques Oct 1963 a paraître
- (24) BIGOT R. Thèses, Nancy, 1962
- (25) DONZE G. Thèses, Nancy, 1958
- (26) COHEN M. Trans. A.S.M. 41 (1949) 38

- (27) R. COURRIER et R. FAIVRE C.R. Ac. Sc. 258 (1964) 3854
R. COURRIER Journées Métallurgiques oct.
1965, à paraître
- (28) FAIVRE R. Rev. Mét. 48 (1951) 6, 447
- (29) SENATEUR J.P. et FRUCHART R. C.R.Ac. Sc. 256 (1963) 3114
- (30) HOFER L.J.E., COHN E.M., PEEBLES J. Amer. Soc. 1949, 71
- (31) WINTERBERGER, POMEY J., Mme LESAGE et DIAMENT
C.R. Ac. Sc. (1960) 251
- (32) JACK K.H. Proc. Roy. Soc. London 195
(1949) 56
- (33) SENATEUR J.P., FRUCHART R., MICHEL A. C.R. Ac. Sc. 255
(1962) 1615
- (34) FRUCHART R. Bull. Soc. Chim. (1963) 2652
- (35) MICHEL A. Bull. Soc. Chim. (1961) 146
- (36) LEMENT B.S. Trans. A.S.M. 45 (1953) 576
- (37) BAUMANN T. Thèses, Nancy, 1966

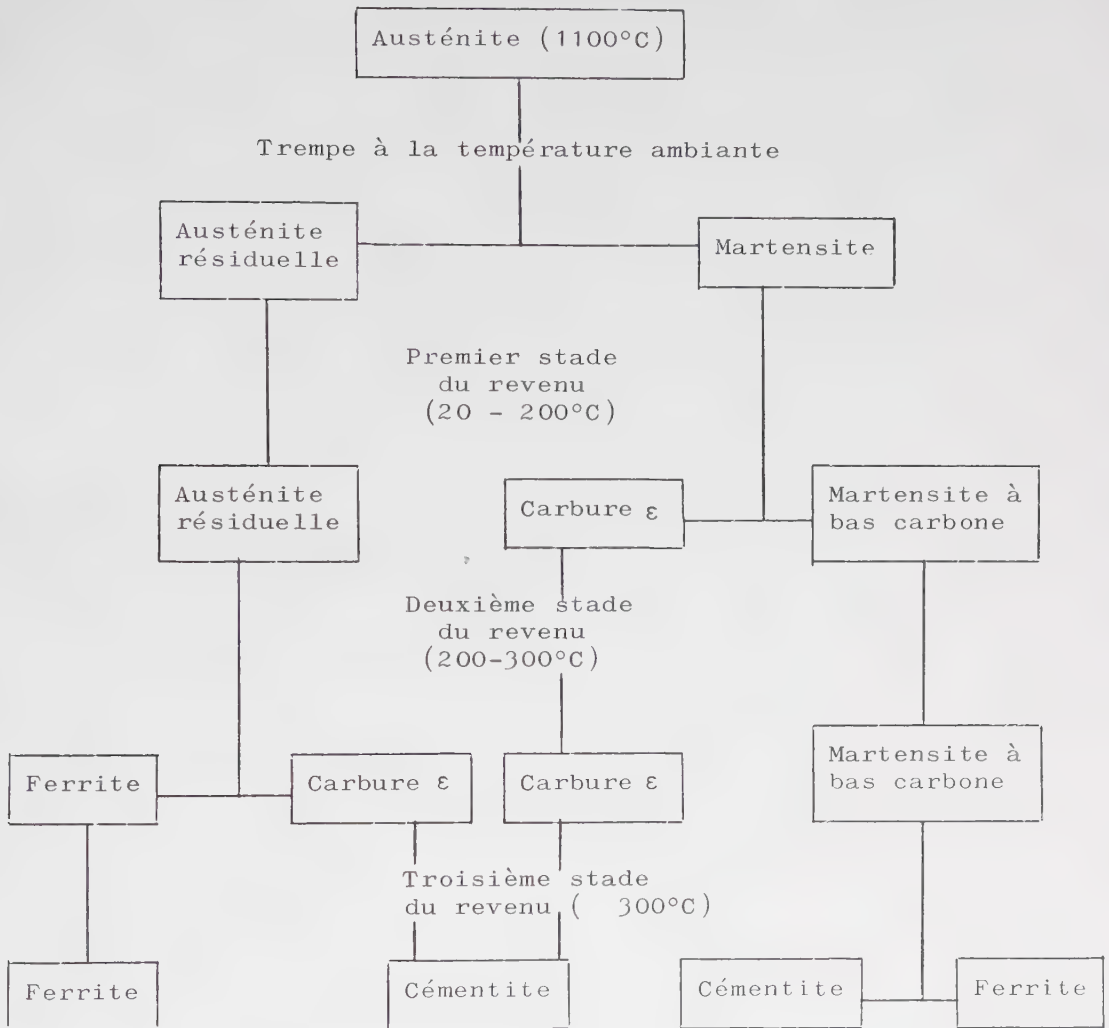
Figure 1



Représentation schématique des 5 stades
du revenu selon Okétani.

Technique de recherche : mesure des chaleurs spécifiques
instantanées.

Figure 2



Représentation schématique des
3 stades du revenu dans un acier
à haut carbone selon Menster.

(Technique de recherche : analyse thermomagnétique)

Figure 3

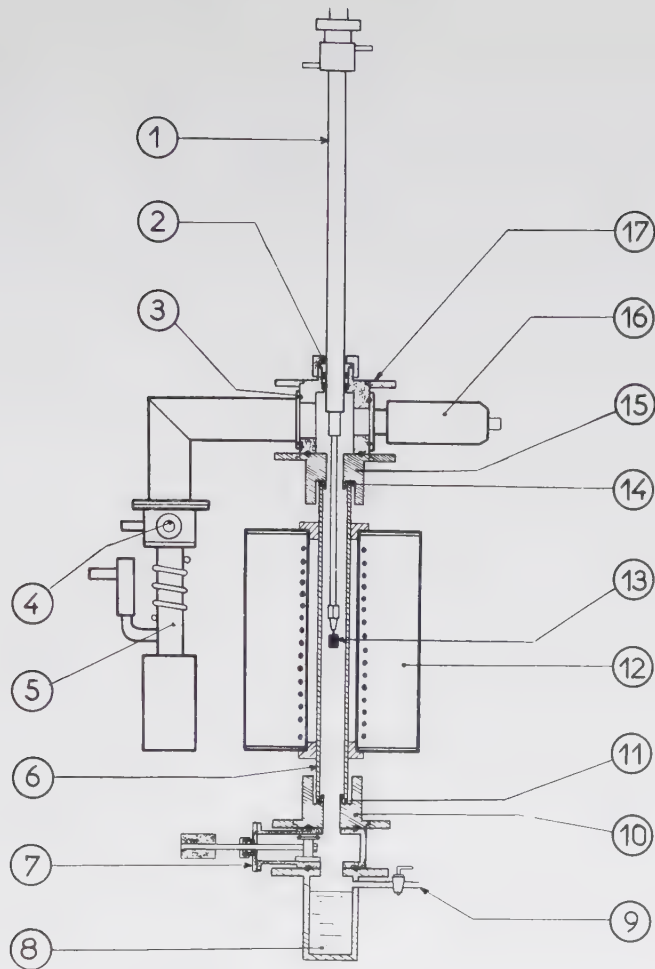


Schéma de l'appareil de trempe sous atmosphère contrôlée

- 1- Tige de suspension de l'échantillon.
- 2- Passage étanche.
- 3- Tête du four.
- 4- Vanne d'isolement de la pompe à diffusion.
- 5- Pompe à diffusion.
- 6- Tube réfractaire en sillimanite.
- 7- Vanne d'isolement du bac de trempe.
- 8- Bac de trempe.
- 9- Voie d'introduction de gaz.
- 10- Embout inférieur.
- 11- Joint torique.
- 12- Four électrique de chauffage.
- 13- Echantillon.
- 14- Joint torique.
- 15- Embout supérieur.
- 16- Jauge de mesure des basses pressions.
- 17- Collerette de fixation de la tête du four.

Figure 4

XC 95

C %	Mn %	Si %	S %	P %	Ni %	Cr %	Mo %	Cu %	As %	V %
0.93	0.31	0.11	0.010	0.012	0.20	0.12	0.1	0.62	0.056	0.03

Austénisé à : 800°C 1/4 h Grosseur du grain : 12

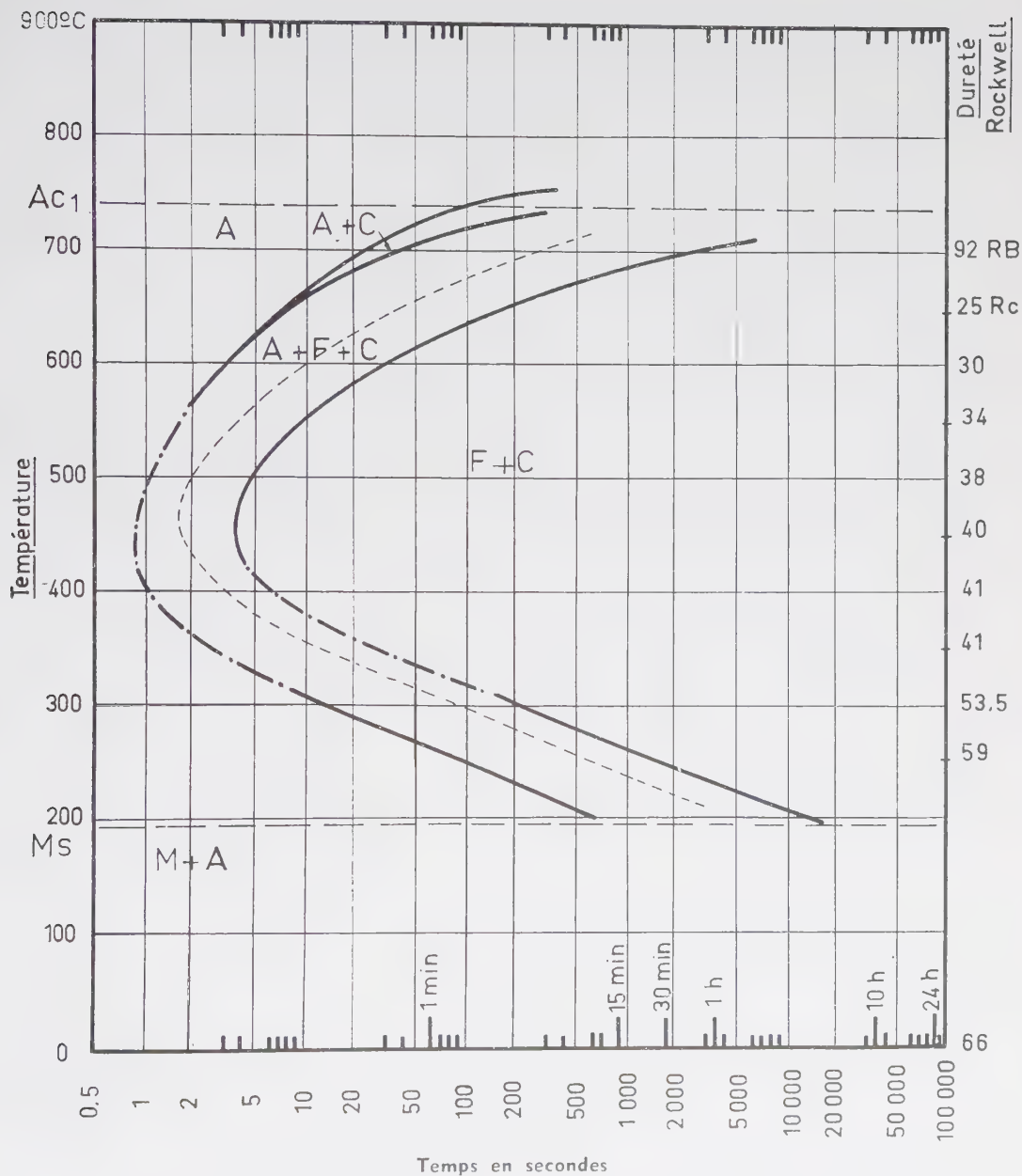


Diagramme T T T d'un acier industriel à 1% de carbone.

Figure 5

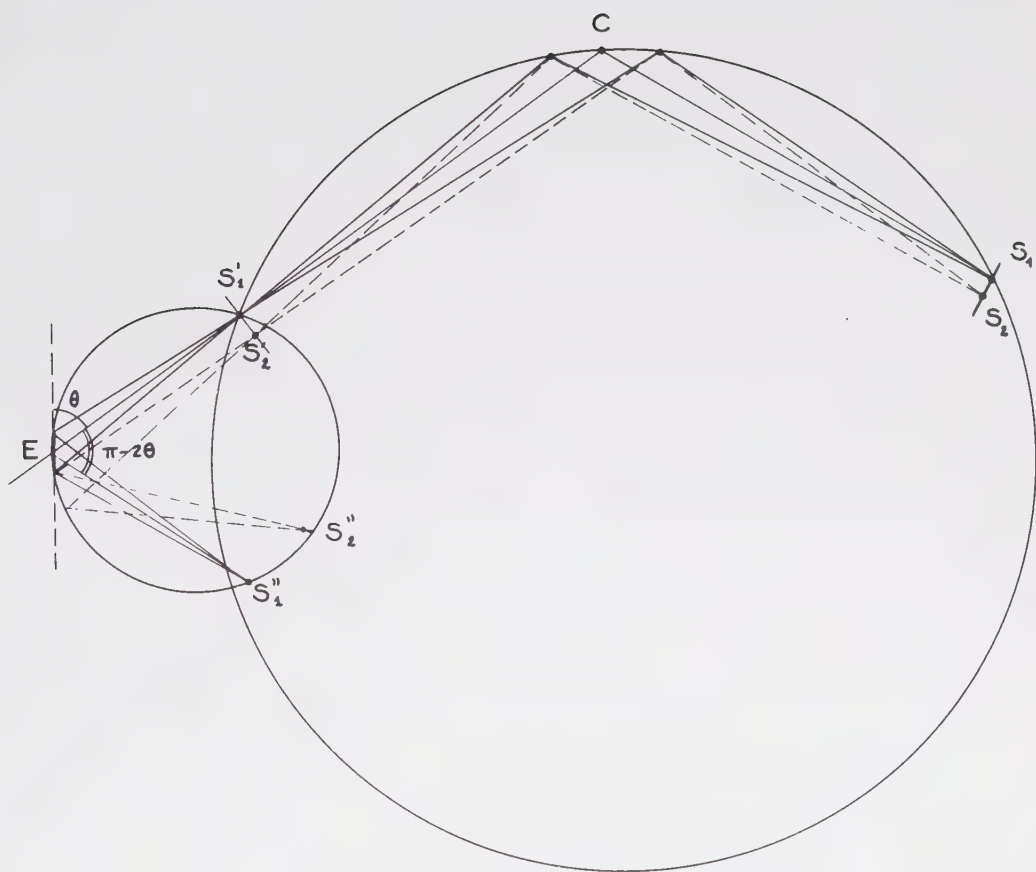


Schéma de la chambre Serman-Bohlin fonctionnant en réflexion.

Figure 6

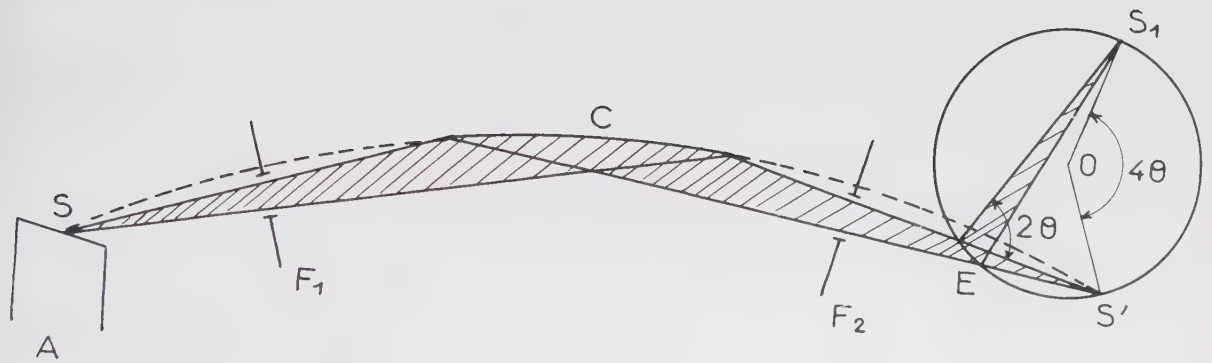


Schéma du montage goniométrique à compteur, de Berthold.

S- Source de rayons X

M- Monochromateur.

F₁, F₂, F₃, - Fentes limitant les faisceaux incidents
et diffractés.

E- Echantillon.

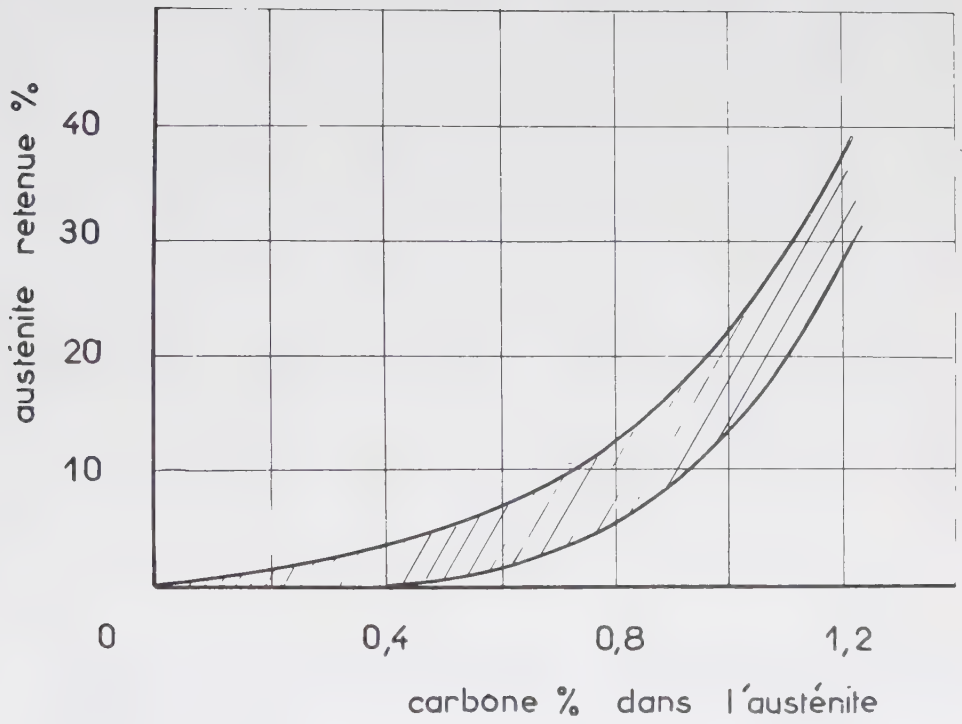
O- Axe de rotation de l'échantillon E.

P- Point de focalisation du faisceau diffracté.

C- Compteur.

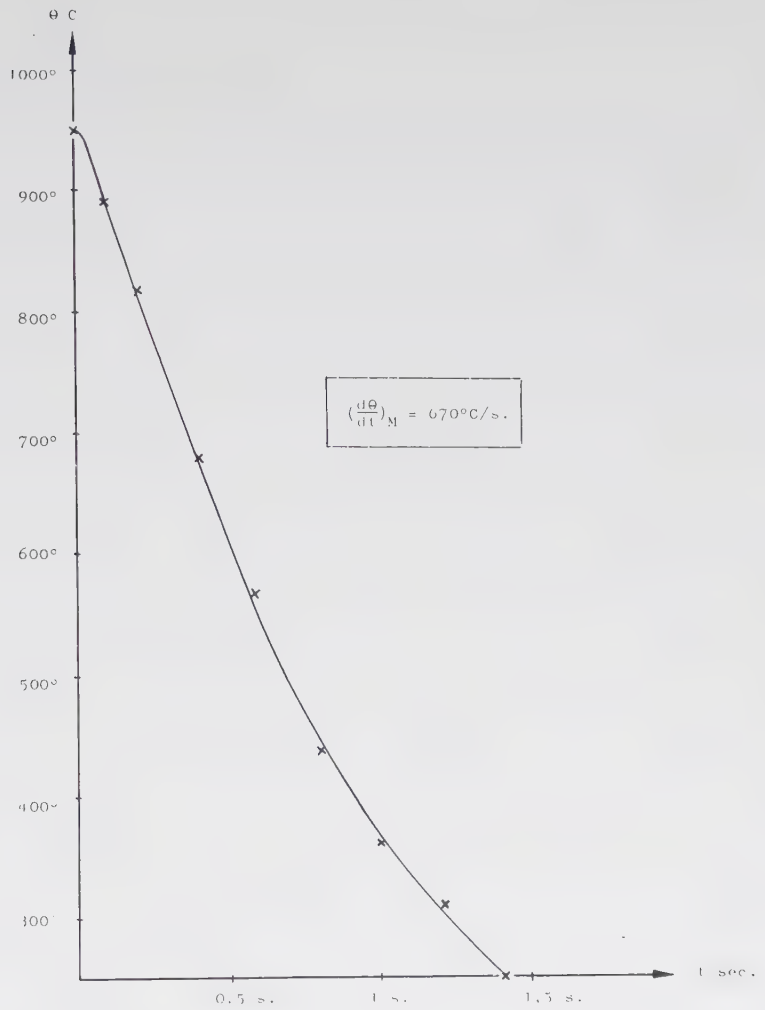
θ- Angle de Bragg.

Figure 7



Quantité d'austénite retenue en fonction de la teneur en C
(courbe tracée par Cohen)

Figure 8



COURBE DE REFROIDISSEMENT D'UN ECHANTILLON DE DILATOMETRIE

(ACIER III à 0,96 % de C)

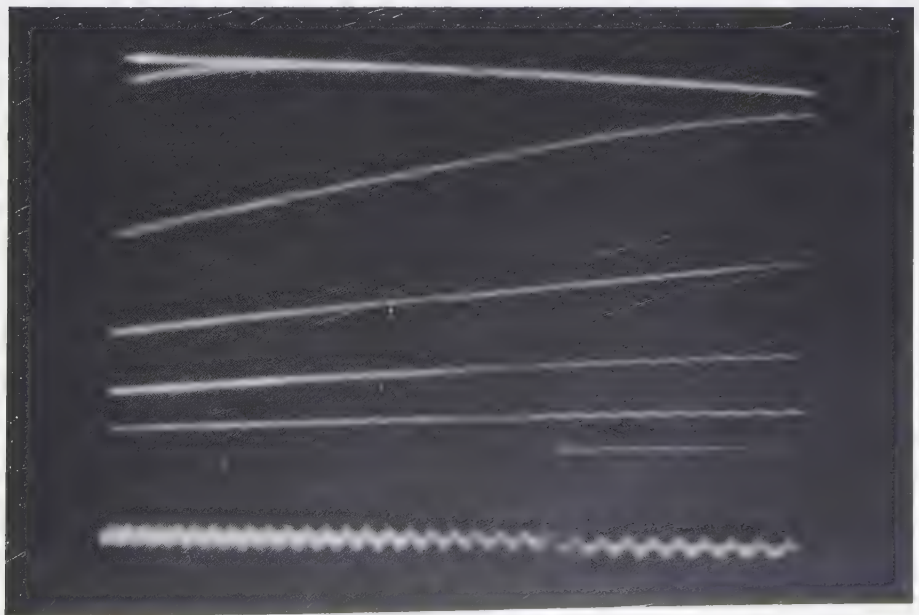
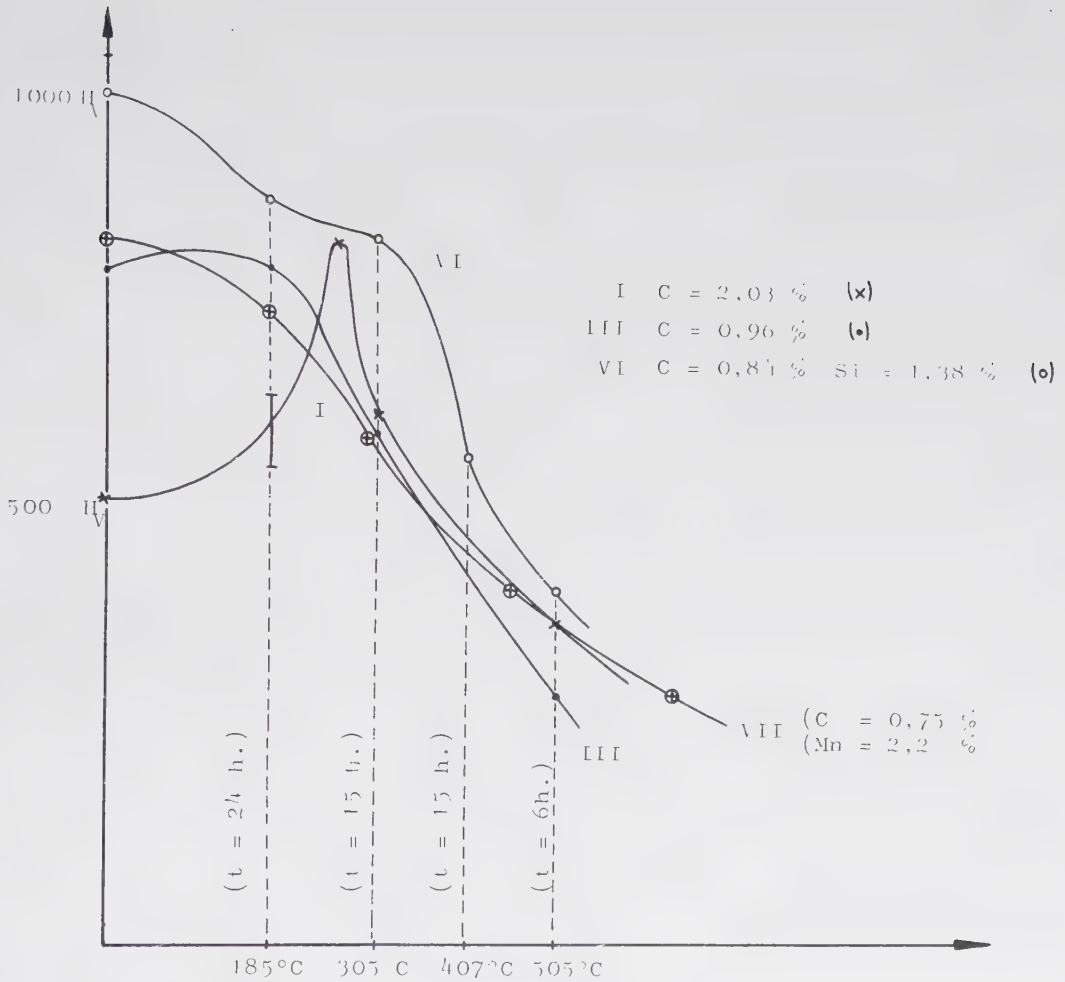


Figure 9

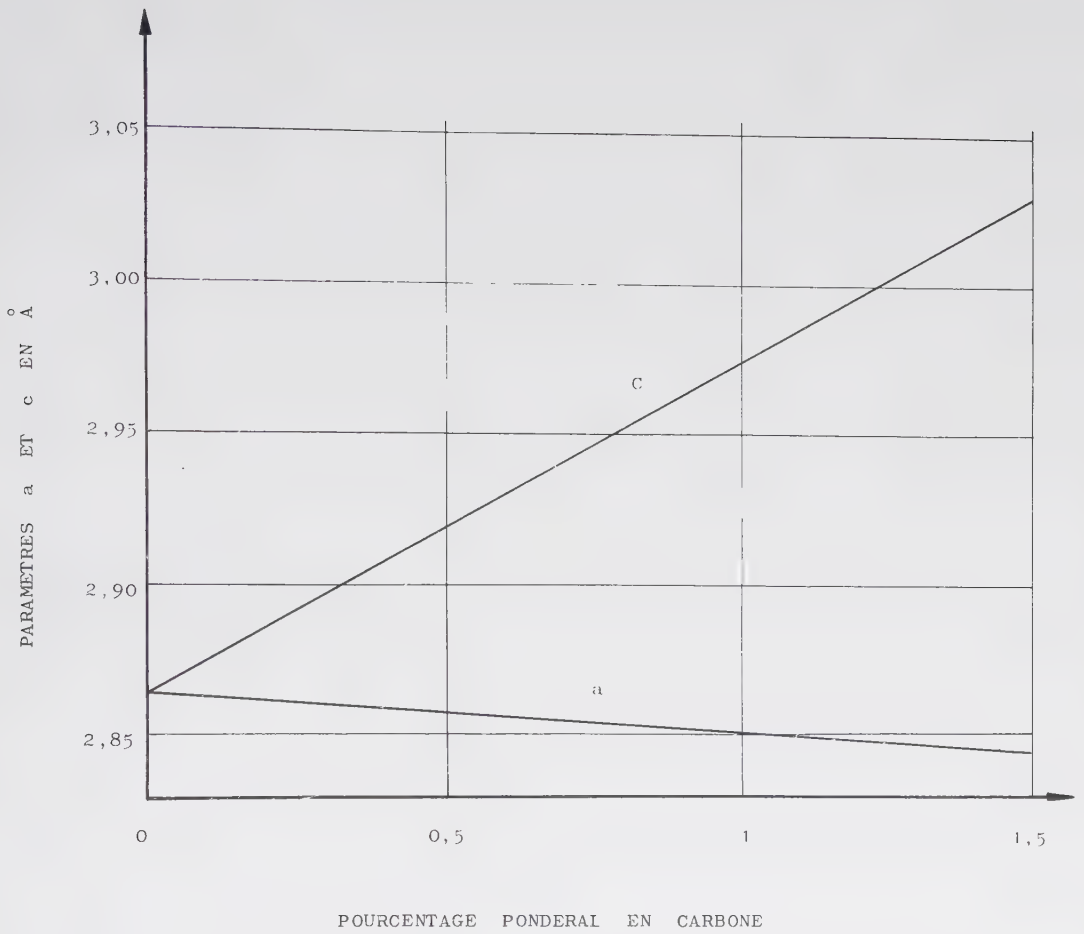


COURBE DE VARIATION DE LA DURETE EN FONCTION DE LA TEMPERATURE DE REVENU.

Composition de l'acier	n°	brut de trempe	185°C (24h)	305°C (15h)	407°C (15h)	515°C (6h.)
C = 2,03 %	I	498	551 675	602		364
C = 0,96 %	III	757	770	588		278
C = 0,84% Si = 1,38%	VI	958	839	798	549	393
C = 0,75% Mn = 2,22%	VII	790	715 (6h)	575 (290° 5h)	407 (460° 1h)	285 (640° - 1h30')

DURETE H_V

Figure 10



Variation des paramètres de la martensite en fonction de la teneur en C.

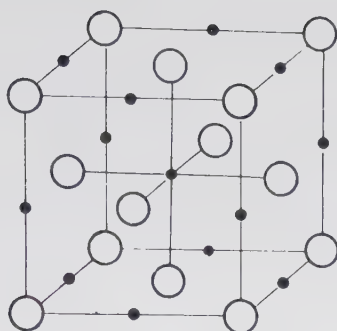


Figure 11

austénite (γ) $\bigcirc$ atomes de fer
 • positions possibles
 des atomes de C

Représentation de la maille d'austénite.

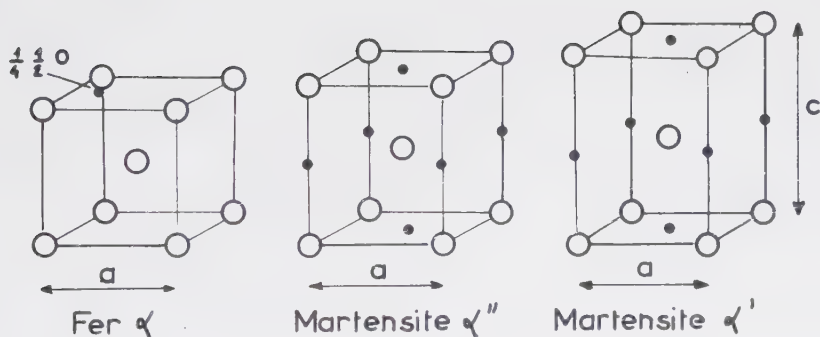


Figure 12

$\bigcirc$ atomes de fer
 • positions possibles des atomes de C.

Représentation des mailles :

- de la martensite quadratique α'
- de la martensite pseudo-cubique α''
- du fer α



Structure du carbure de Hägg suivant des nappes de prismes accolées.



Structure de la cémentite sous forme bidimensionnelle.

Planche 1



1 Micrographie optique.

G = $\times 500$

Acier I (2,03 % C) trempé depuis 1130°C dans l'eau salée à - 5°C. La martensite apparaît en blanc et l'austénite résiduelle en gris.



2 Micrographie optique.

G = $\times 500$

Acier I (2,03 %C) trempé depuis 1130°C dans l'eau salée à - 5°C et immergé dans l'azote liquide. La martensite apparaît en blanc et l'austénite résiduelle en gris. Entre - 5 et - 196°C s'est effectuée la ramification des grosses aiguilles de martensite formée entre 1130 et - 5°C.



3 Micrographie optique.

G = $\times 500$

Acier I (2,03 % C) trempé depuis 1130°C dans l'eau salée à - 5°C. La martensite apparaît en gris et l'austénite résiduelle en blanc. L'inversion de teinte est due à un léger revenu pendant le polissage de l'échantillon.

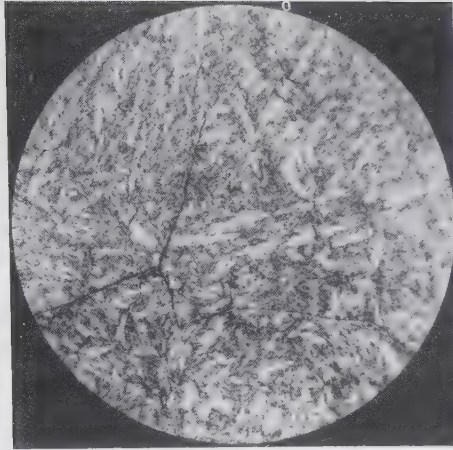


4 Micrographie optique.

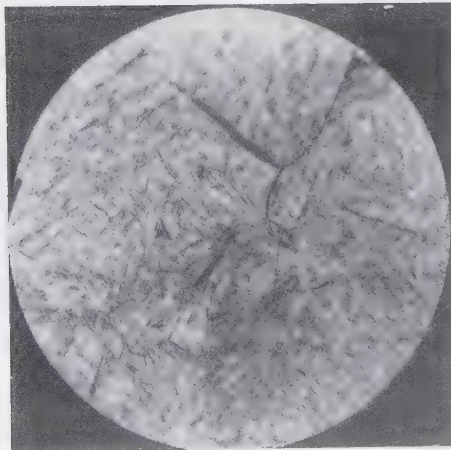
G = $\times 500$

Acier I (2,03 % C) trempé depuis 1080°C dans l'eau salée à - 5°C. Bien qu'ils soient blancs les carbures non dissous, fortement coalescés, se distinguent facilement des aiguilles blanches de martensite.

Planche 2



- 1 Micrographie optique. $G = \times 450$
Acier III (0,96 % C) trempé depuis 950°C dans l'eau salée à 5°C. Le centre de l'échantillon, essentiellement martensitique, révèle la présence, en très faible quantité, de bainite.



- 2 Micrographie optique. $G = \times 500$
Acier III (0,96 % C) trempé depuis 950°C dans l'eau salée à 5°C. Les bords de l'échantillon sont décarburés et révèlent, après trempe, une structure bainitique.

Planche 3

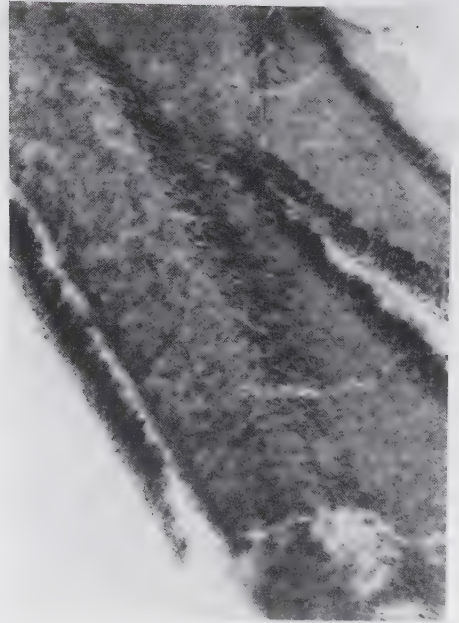
Acier I (2,03 % C) revenu pendant 24 heures

à 185°C



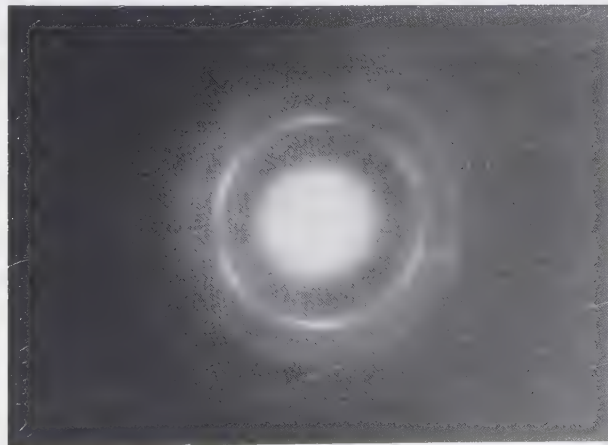
1 Micrographie électronique.
G = $\times 5.000$

Anciennes aiguilles de martensite dans lesquelles le carbure $\underline{\epsilon}$ a précipité. Les plages claires dans lesquelles rien n'est extrait correspondent à l'austénite résiduelle.



2 Micrographie électronique.
G = $\times 11.000$

Ancienne aiguille de martensite. La précipitation de carbure $\underline{\epsilon}$ est beaucoup plus importante sur les bords qu'au centre.

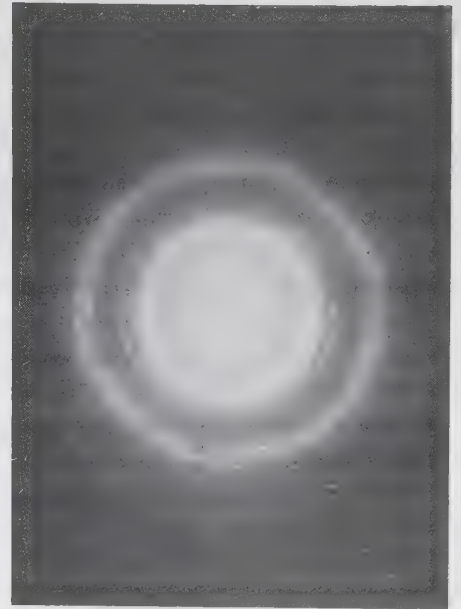
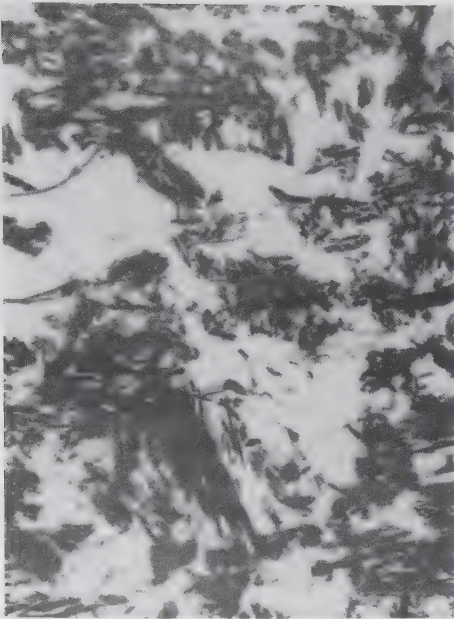


3 Microdiffraction des électrons. V = 75 kv
Carbure $\underline{\epsilon}$ fibreux et très fin.

Planche 4

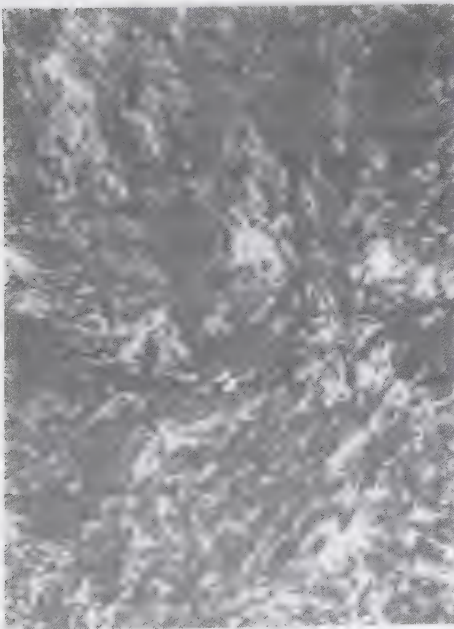
Acier I (2,03 % C) revenu pendant 15 heures

à 305°C



1 Micrographie électronique.
G = $\times 20.000$
Carbure de Hägg obtenu sur une réplique d'extraction au collodion.

2 Microdiffraction des électrons.
V = 100 kv
Cliché de carbure de Hägg correspondant à la micrographie 1. Les anneaux flous soulignent la mauvaise cristallisation de ce carbure.

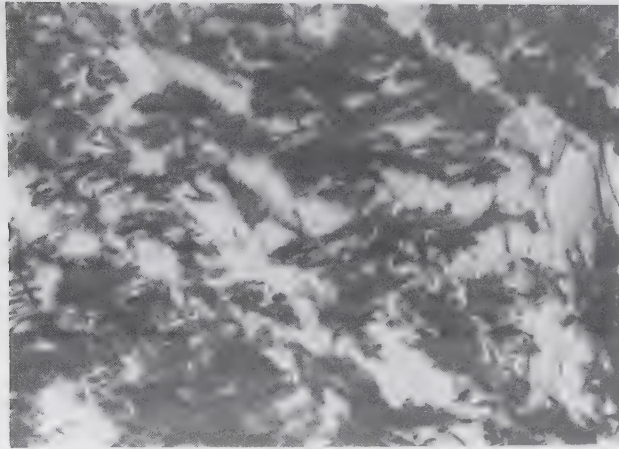


3 Micrographie électronique.
G = $\times 10.000$
La cémentite qui provient du revenu de la martensite α' apparaît en gris foncé tandis que le carbure de Hägg apparaît en noir.

4 Microdiffraction des électrons.
V = 75 kv
Cliché correspondant à la micrographie 3. On voit les raies fines de la cémentite. La réplique est trop épaisse. On devine cependant les anneaux de carbure de Hägg ainsi que quelques fines lignes de Kikuchi de la cémentite provenant de la décohérence de phase α'' . Il reste un peu de phase α'' .

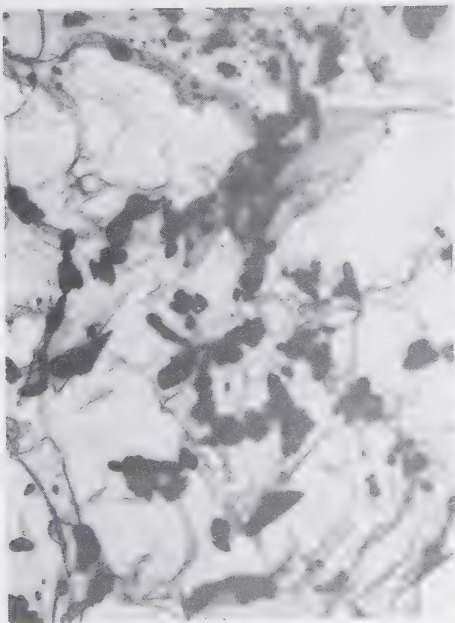
Planche 5

Acier I (2,03 % C) revenu pendant 15 heures
à 305°C



- 1 Micrographie électronique. $G = \times 15.000$
Carbure de Hägg précipité à partir du carbure ϵ . Les plages grises sont constituées de cémentite très fine.

Acier I (2,03 % C) revenu pendant 6 heures à 515°C



- 2 Micrographie électronique.
 $G = \times 8.000$
Cémentite fortement coalescée provenant de la décomposition

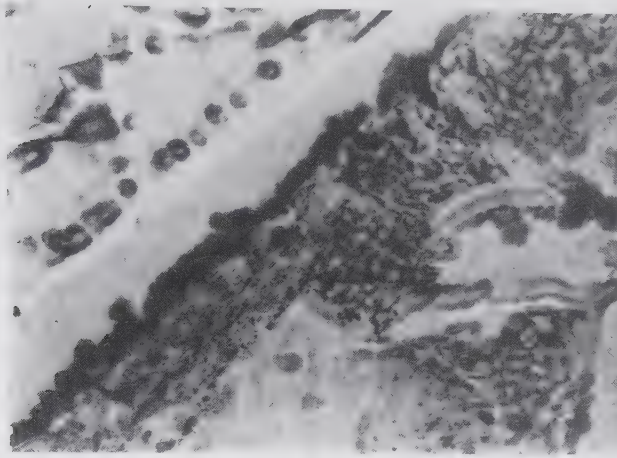


- $G = \times 8.000$
cristaux coalescents à plus fort grossissement

Planche 6

Acier III (0,96 % C) revenu pendant 24 heures

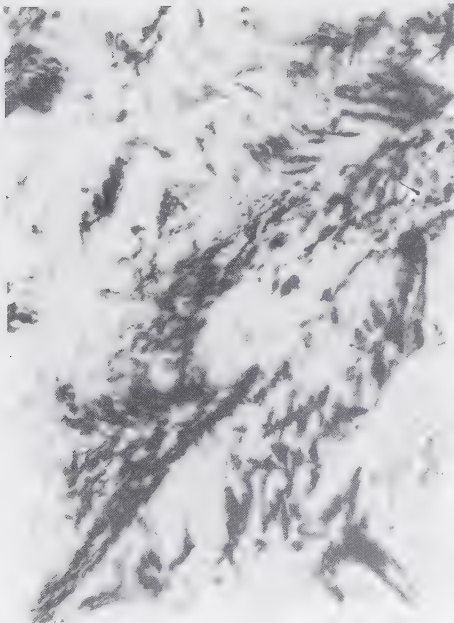
à 185°C



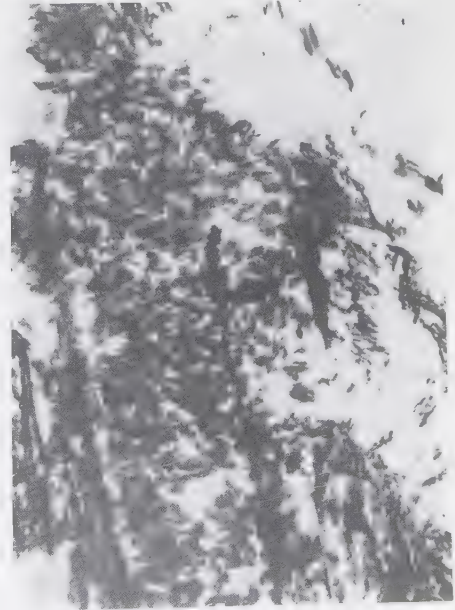
- 1 Micrographie électronique. $G = \times 25.000$
Précipité de carbure $\underline{\epsilon}$ sur le bord d'une ancienne aiguille de martensite. La densité de précipitation est beaucoup plus grande sur le bord qu'à l'intérieur.

Acier III (0,96 % C) revenu pendant 15 heures

à 305°C



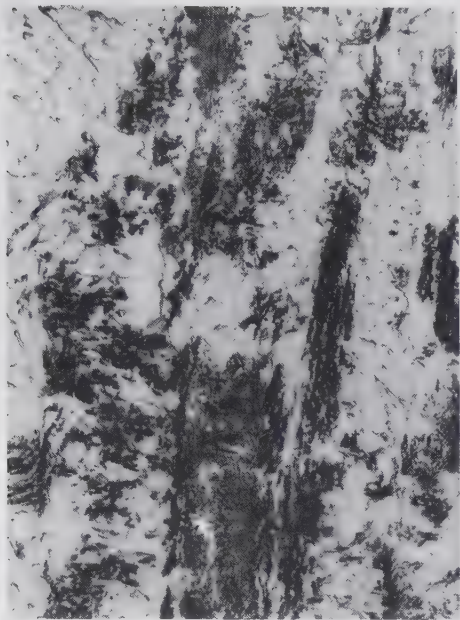
- 2 Micrographie électronique.
 $G = \times 15.000$
Carbure de Hägg.



- 3 Micrographie électronique.
 $G = \times 8.000$
Carbure de Hägg provenant de la transformation du carbure $\underline{\epsilon}$ précipité dans une ancienne aiguille de martensite. On observe, comme pour le carbure $\underline{\epsilon}$, une précipitation beaucoup plus importante sur les bords de l'aiguille qu'à l'intérieur.

Planche 7

Acier III (0,96 % C) revenu pendant 15 heures à 305°C



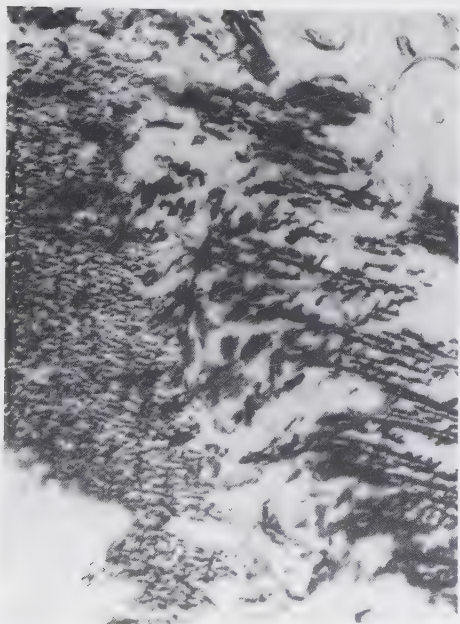
1 Micrographie électronique.
G = $\times 5.000$

Carbure de Hägg formé à partir du carbure ϵ précipité dans une ancienne aiguille de martensite. On reconnaît les bords de cette ancienne aiguille à ce que la précipitation est plus importante.



2 Microdiffraction des électrons.
V = 100 kv

Cliché de carbure de Hägg correspondant à la micrographie 1.



3 Micrographie électronique.
G = $\times 15.000$

Les deux plages ont des structures très différentes : la plage de gauche contient de la cémentite et la plage de droite du carbure de Hägg.

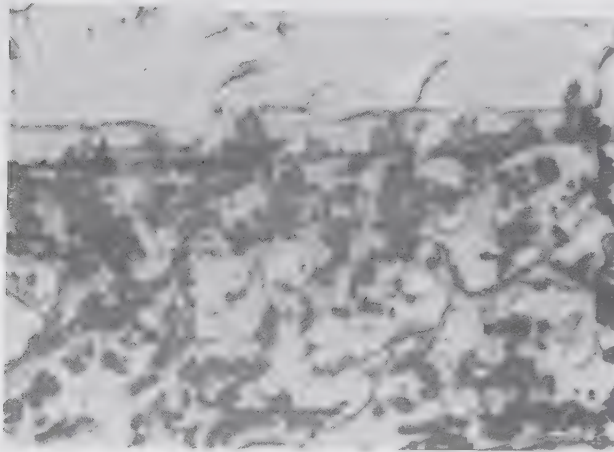


4 Microdiffraction des électrons.
V = 75 kv

Cliché de cémentite, finement orientée et très bien cristallisée, correspondant à la plage de gauche de la micrographie 3 (petit diaphragme de sélection : $\phi 100 \mu$).

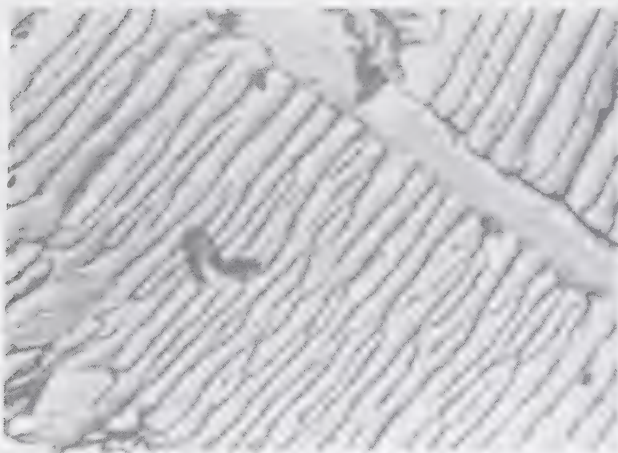
Planche 8

Acier III (0.96 % C) revenu pendant 6 heures
à 515°C



1 Micrographie électronique. $G = \times 20.000$

Cémentite coalescée dans une ancienne aiguille de martensite. Produit final de la transformation $\varepsilon \longrightarrow X \longrightarrow Fe_3C$.

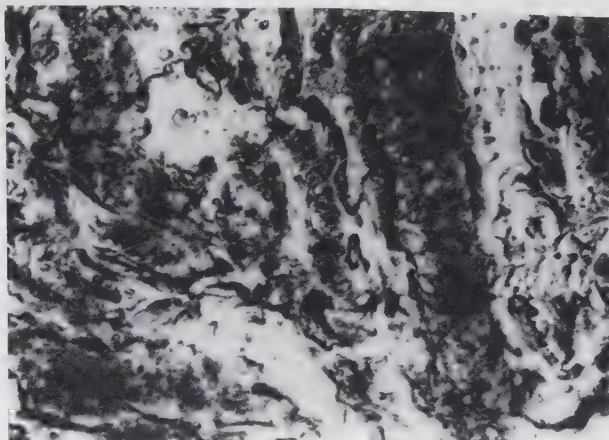


2 Micrographie électronique. $G = \times 20.000$

Empreinte de lamelles de cémentite. Cette structure de revenu ressemble particulièrement à de la perlite.

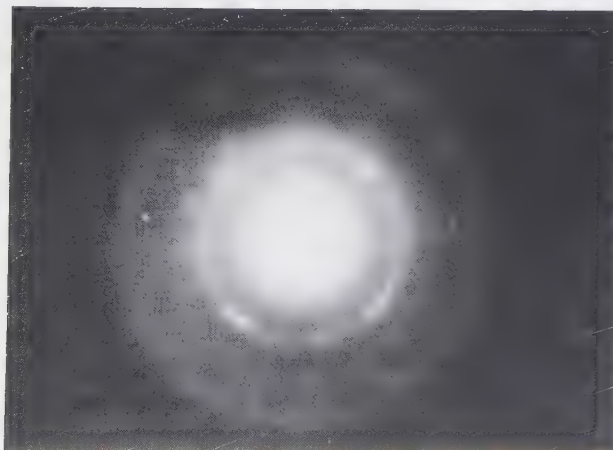
Planche 9

Acier VI (0,84 % C ; 1,38 % Si) revenu pendant
15 heures à 305°C



1 Micrographie électronique. $G = \times 5.000$

Carbure $\underline{\epsilon}$. On reconnaît une ancienne aiguille de martensite. La présence de carbure $\underline{\epsilon}$ à cette température est due au silicium qui augmente son domaine de stabilité du côté des températures élevées.



2 Microdiffraction des électrons. $V = 75 \text{ kv}$

Cliché de carbure $\underline{\epsilon}$ correspondant à la micrographie 1. Structure de fibre très fine.

Acier VI (0,84 % C ; 1,38 % Si) revenu

1 minute à 407°C



1 Microdiffraction des électrons.
V = 100 kv

Carbure ϵ . Plusieurs directions de fibres apparaissent.

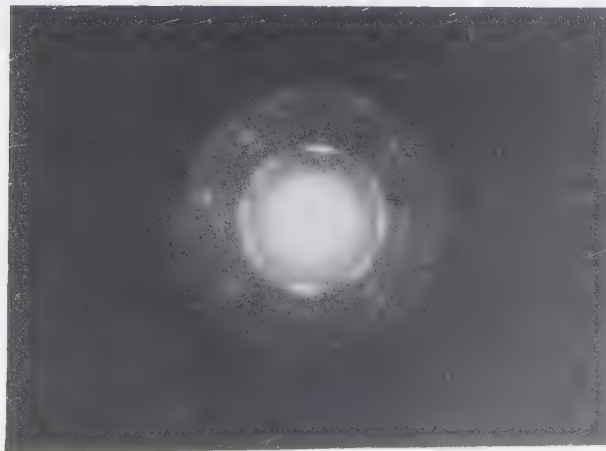


2 Microdiffraction des électrons.
V = 100 kv

Carbure ϵ . A 407°C, température trop élevée pour avoir du carbure ϵ , on voit que la structure de fibres tend à disparaître. La présence de carbure ϵ à cette température est due uniquement à la durée très courte du maintien en température.

Acier VI (0,84 % C ; 1,38 % Si) revenu

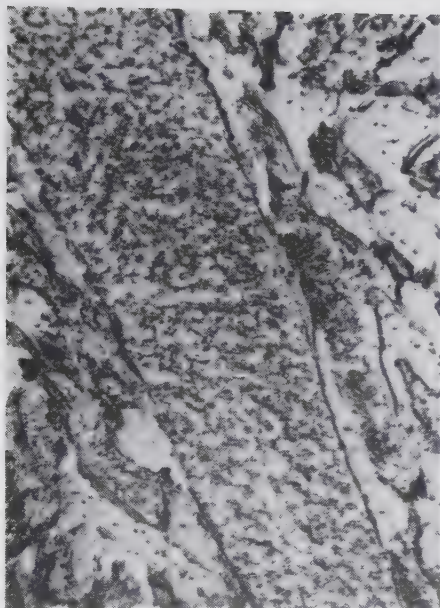
1 minute à 305°C



3 Microdiffraction des électrons. V = 100 kv

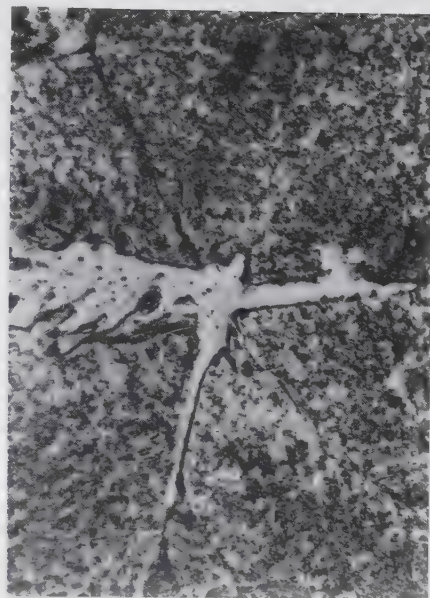
Carbure ϵ fibreux et très fin. Par comparaison avec les microdiffractions 1 et 2, on voit comment disparaît la structure de fibre quand on augmente la température.

Acier VI (0,84 % C ; 1,38 % Si) revenu pendant
15 heures à 407°C



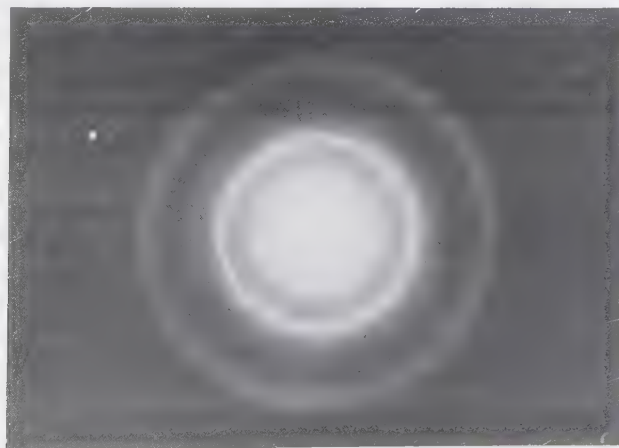
1 Micrographie électronique.
G = $\times 7.000$

Carbure de Hägg très fin précipité dans une ancienne aiguille de martensite.



2 Micrographie électronique.
G = $\times 7.000$

Carbure de Hägg. On reconnaît une tapure de trempe le long du joint de grain de l'austénite initiale.



3 Microdiffraction des électrons.
V = 75 kV

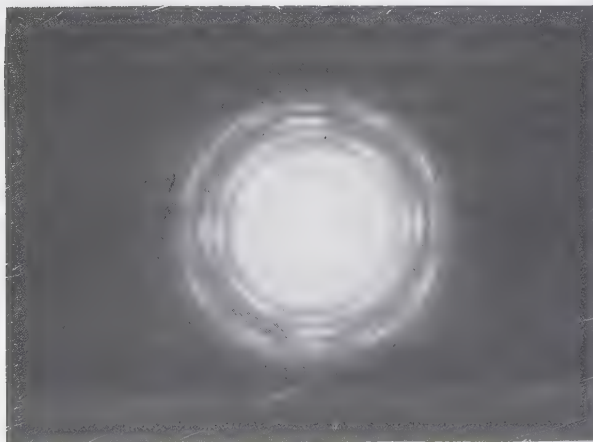
Carbure de Hägg très fin. Il semble que la finesse du carbure de Hägg soit liée à la finesse du carbure dont il provient.

Planche 12

Acier VII (0,75 % C ; 2,23 % Mn) revenu
pendant 6 heures à 205°C



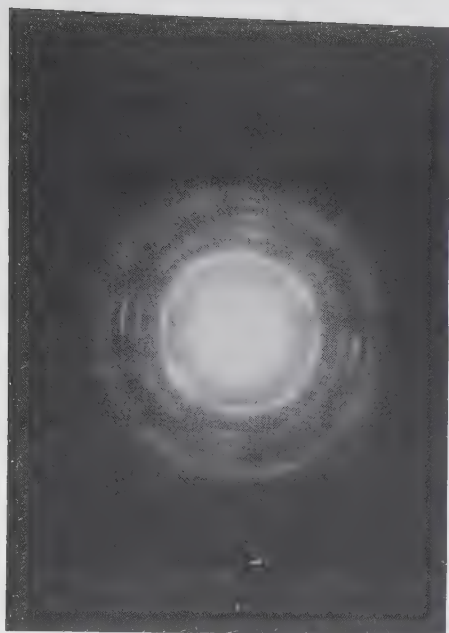
- 1 Micrographie électronique. $G = \times 6.000$
Carbure ϵ précipité dans une plage martensitique
Le champ observé, limité par le diaphragme de
sélection, correspond à la zone diffractante de
la figure XII₂.



- 2 Microdiffraction des électrons. $V = 100 \text{ kv}$
Cliché de carbure ϵ correspondant à la micro-
graphie 1. On distingue sur ce cliché au moins
deux directions de fibres.

Planche 13

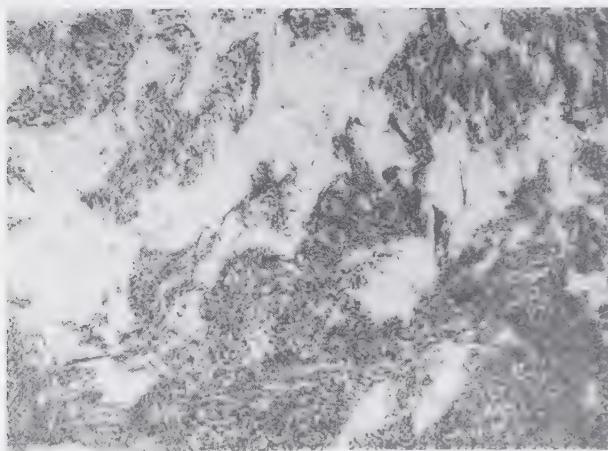
Acier VII (0,75%C ; 2,23 % Mn) revenu pendant
6 heures à 185°C



1 Microdiffraction des électrons.
V = 100 kv
Carbure $\underline{\epsilon}$ fibreux.



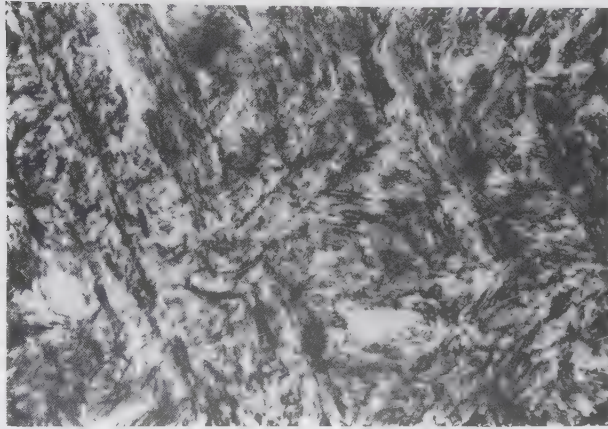
2 Microdiffraction des électrons.
V = 100 kv
Carbure de Hägg obtenu par chauffage dans le microscope électronique du carbure $\underline{\epsilon}$ qui donnait le cliché de microdiffraction 1. Le chauffage est obtenu en accroissant l'excitation du condenseur ce qui augmente la densité du faisceau d'électrons au niveau de la préparation. On observe donc directement la transformation du carbure $\underline{\epsilon}$ en carbure de Hägg.



3 Micrographie électronique. G = $\times 6.000$
Surface qui a donné les microdiffractions 1 et 2. Après chauffage, la plage est totalement contaminée ce qui empêche d'observer la transformation du carbure de Hägg en cémentite

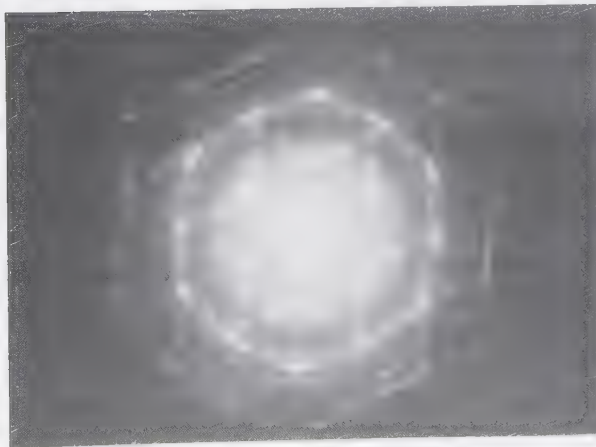
Planche 14

Acier VII (0,75%C ; 2,23 % Mn) revenu pendant
3 heures à 280°C



1 Micrographie électronique : $G = \times 7.000$

Le carbure de Hägg apparaît en noir sur un fond gris, plus clair, de cémentite fine. Le dessin qu'il forme rappelle la structure de la martensite et en particulier les orientations à 60° de ses aiguilles.

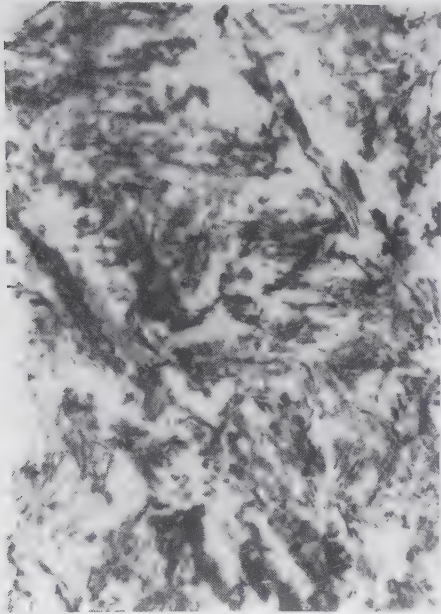


2 Microdiffraction des électrons. $V = 100 \text{ kv}$

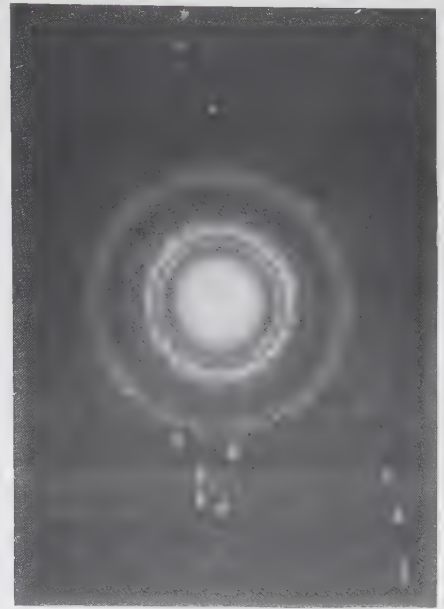
Anneaux de carbure de Hägg provenant de la décomposition du carbure ϵ et lignes de Kikuchi dues à la cémentite qui provient de la décomposition de la phase α'' .

Planche 15

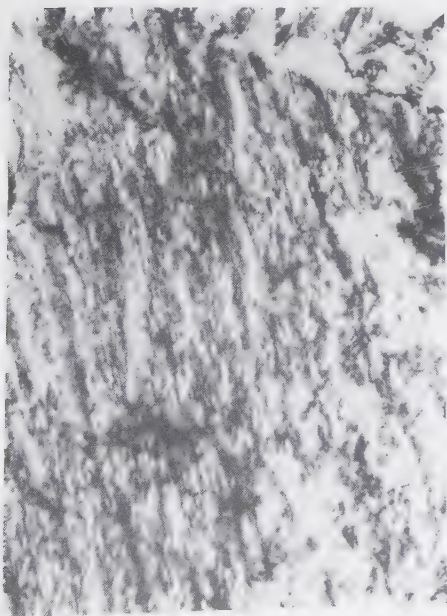
Acier VII (0,75 % C ; 2,23 % Mn) revenu pendant
1 heure à 460°C après trempe étagée : eau-azote liquide



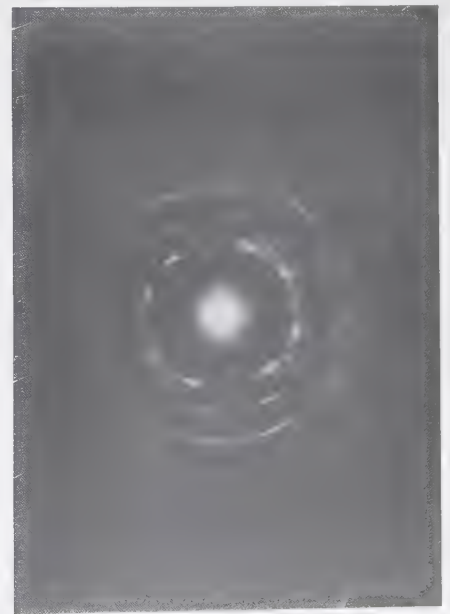
1 Micrographie électronique. $G = \times 12.000$
Carbure de Hägg.



2 Microdiffraction des électrons.
 $V = 100 \text{ kv.}$
Cliché de carbure de Hägg correspondant à la micrographie 1.



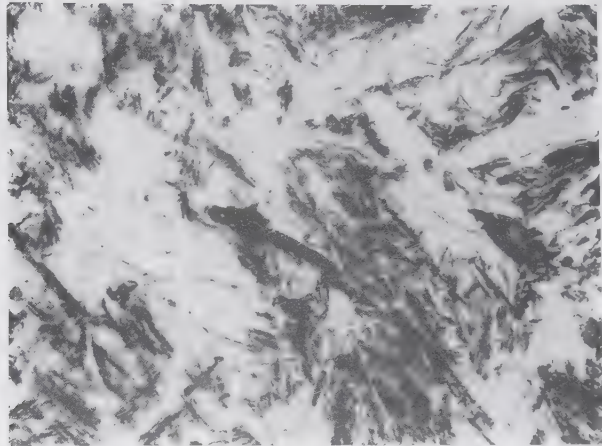
3 Micrographie électronique. $G = \times 7.000$
Cémentite lamellaire provenant de la
décomposition de la phase α .



4 Microdiffraction des électrons.
 $V = 100 \text{ kv.}$
Cliché de cémentite correspondant à
la micrographie 3. La structure la-
mellaire se traduit par un renfor-
cement des intensités des anneaux sui-
vant des droites.

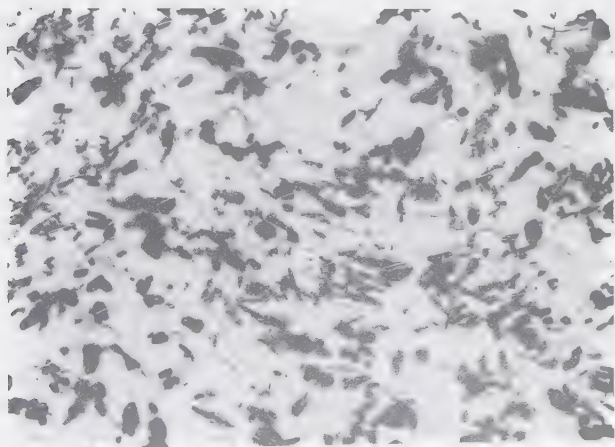
Planche 16

Acier VII (0,75 % C ; 2,23 % Mn) revenu pendant 1 heure à 352°C



1 Micrographie électronique. $G = \times 10.000$
Carbure de Hägg

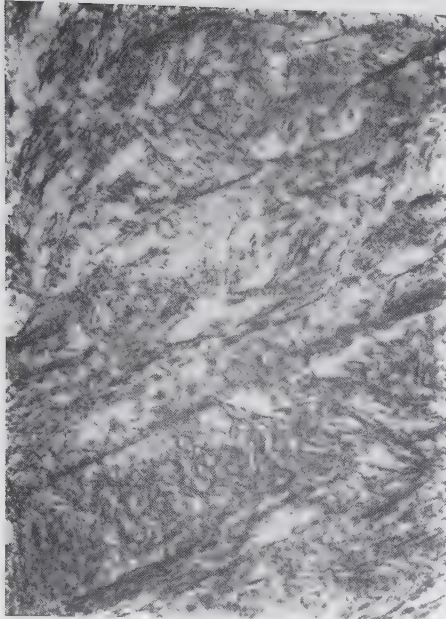
Acier VII (0,75 % C ; 2,23 % Mn) revenu pendant 1 heure à 640°C



2 Micrographie électronique. $G = \times 10.000$
Cémentite coalescée

Planche 17

Acier IX (0,64 % C ; 1,85 % Mo) revenu pendant
10 heures à 206°C

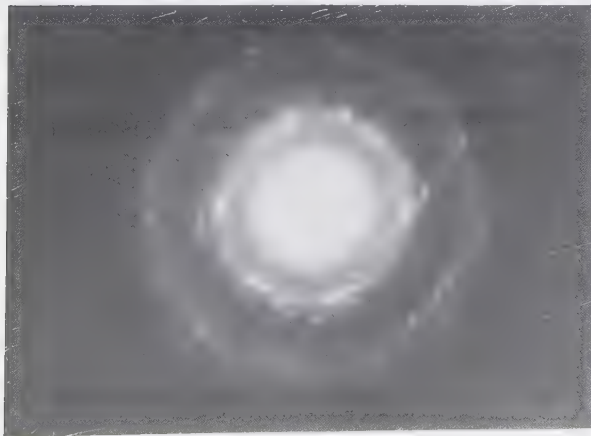


1 Micrographie électronique. $G = \times 10.000$
Carbure $\underline{e}$ bien cristallisé dans une
ancienne aiguille de martensite.



2 Microdiffraction des électrons.
 $V = 100 \text{ kv}$
Carbure $\underline{e}$ correspondant à la micro-
graphie 1.

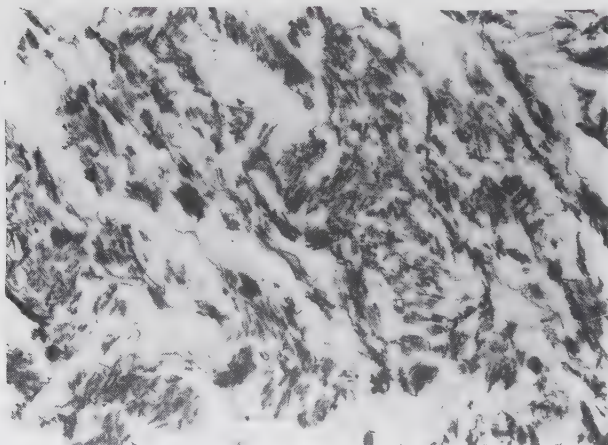
Acier VIII (0,25 % C ; 1,45 % Mo) revenu pendant
24 heures à 260°C



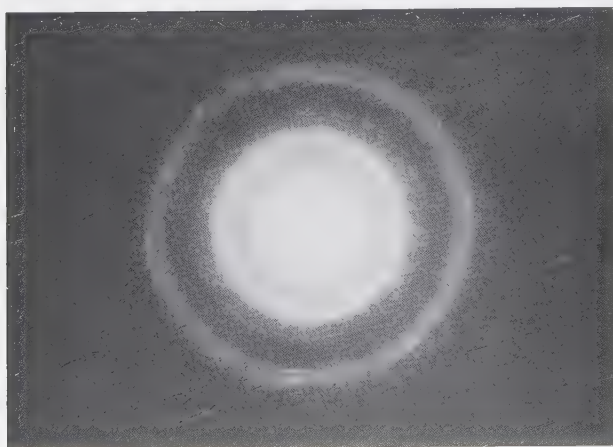
3 Microdiffraction des électrons.
 $V = 100 \text{ kv}$.
Cémentite lamellaire fine provenant du
revenu de la phase α''

Planche 18

Acier IX (0,64 % C ; 1,85 % Mo) revenu pendant 5 heures à 290°C

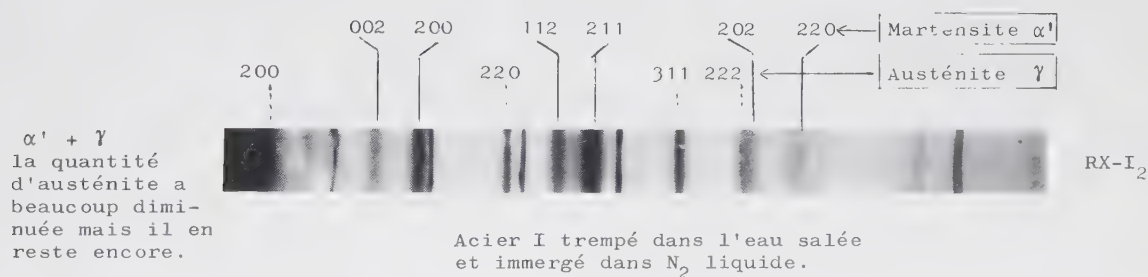
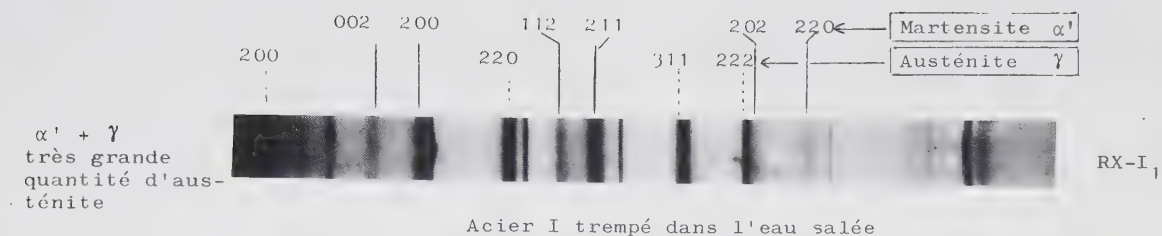


- 1 Micrographie électronique. $G = \times 10.000$
Carbure de Hägg précipité à partir du carbure ϵ .



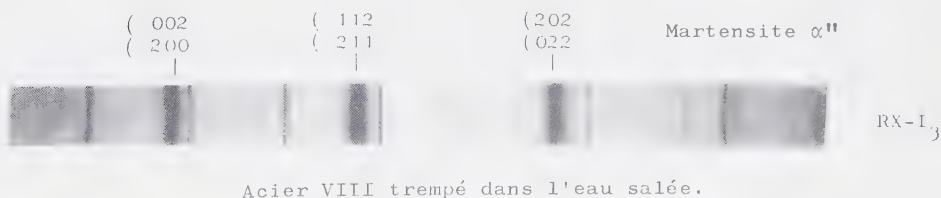
- 2 Microdiffraction des électrons. $V = 75 \text{ kv}$
Cliché de carbure de Hägg correspondant à la micrographie 1.

Ràys X 1

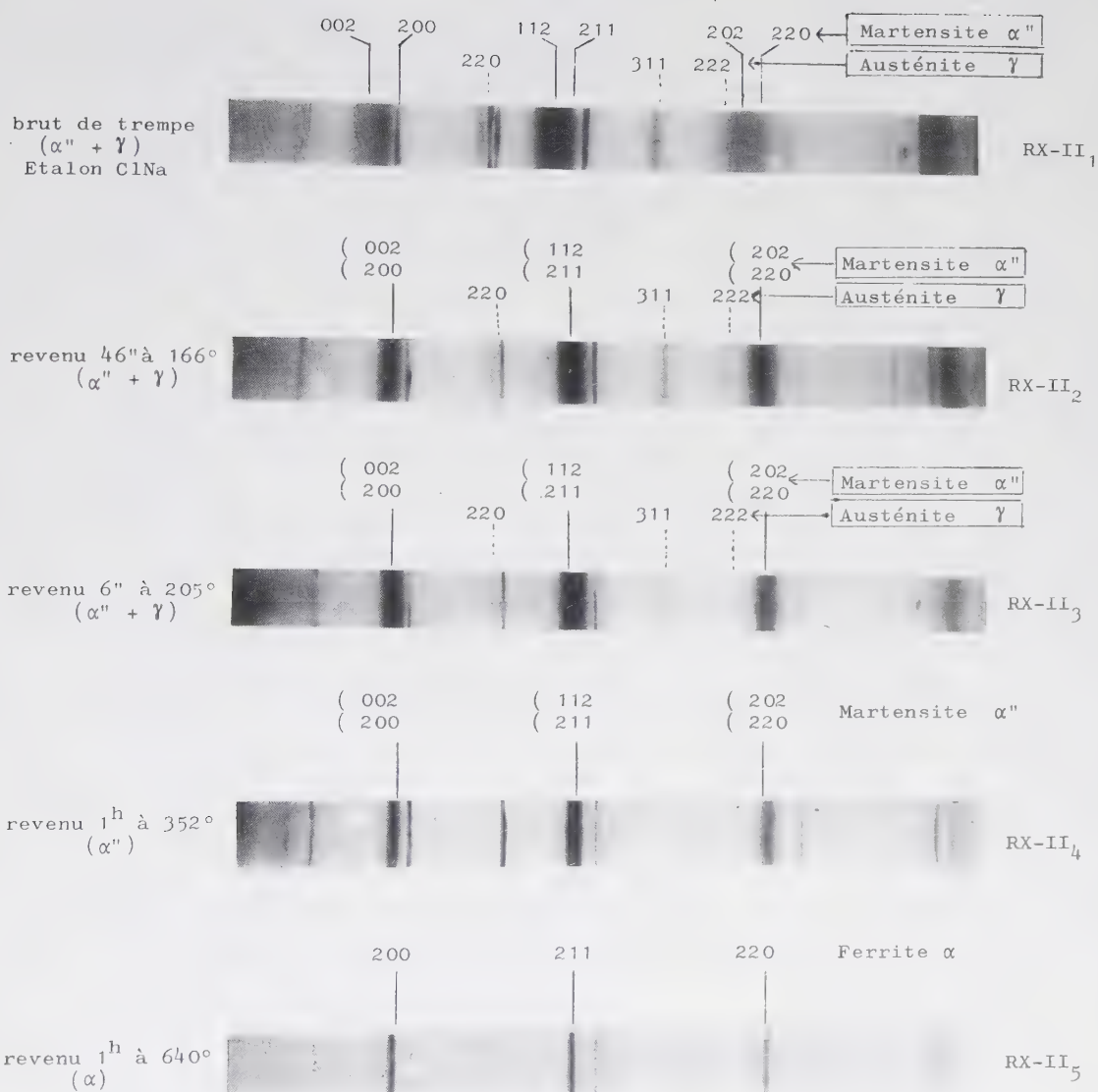


Cet acier à 2,03 % de carbone a été austénitisé à 1.080°C seulement. Toute la cémentite n'a donc pas été redissoute dans la phase γ qui, de ce fait, possédait une teneur réelle de 1,70 % de carbone, nettement inférieure à la valeur moyenne de 2,03 %. Cette teneur réelle a été déterminée en mesurant l'écart des raies formant un même doublet dans la cémentite.

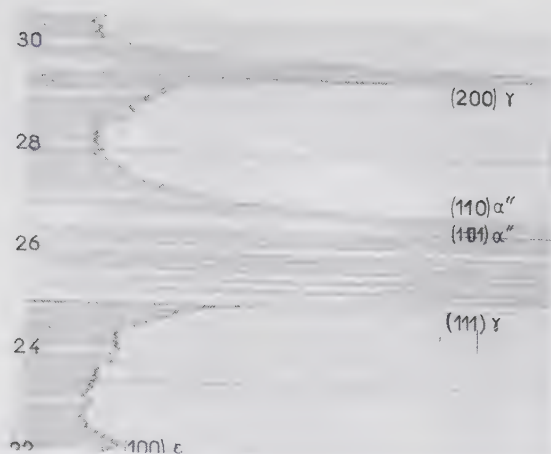
A côté des raies de γ et de α' , on devine quelques raies de Fe_3C (Etalon ClNa).



Ràyons X 2



Acier VII trempé et revenu à différentes températures.



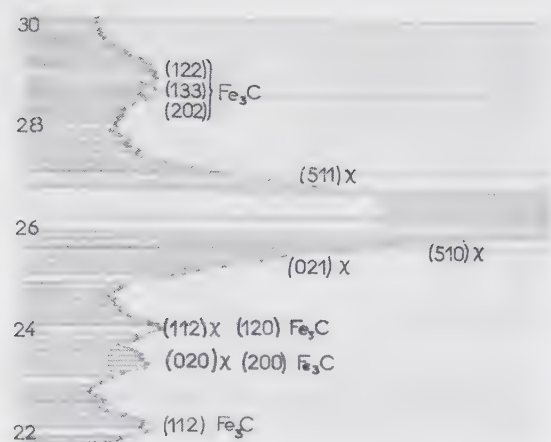
RX-III₁

Acier I (2,03 % C) revenu 24 heures à 185°C.

Echantillon massif

(γ - α'' - ϵ)

Sensibilité 10^3 . Inertie 10



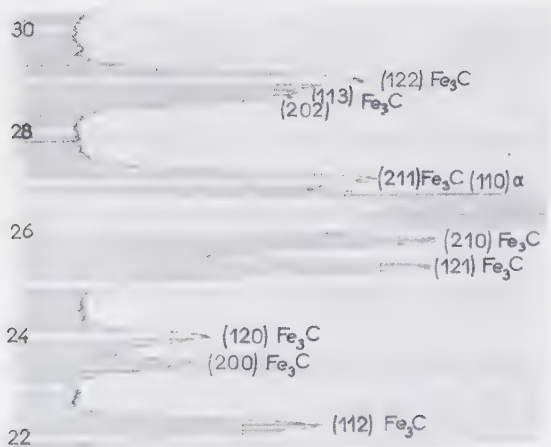
RX-III₂

Acier I (2,03 % C) revenu 15 heures à 305°C.

Echantillon massif

(α'' - X - Fe_3C)

Sensibilité 10^3 . Inertie 10



RX-III₃

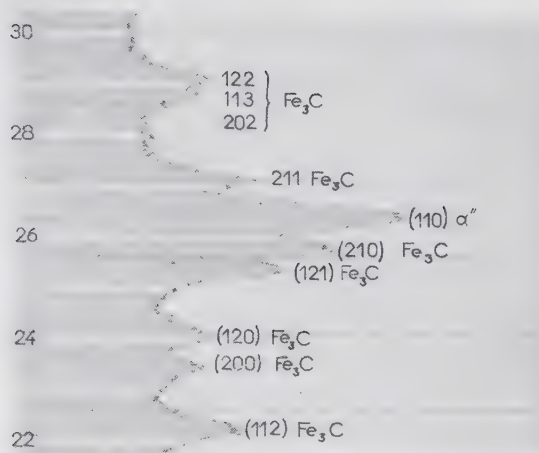
Acier I (2,03 % C) revenu 6 heures à 515°C.

Echantillon massif

(α + Fe_3C)

Sensibilité 10^3 . Inertie 10

Résumé X 4

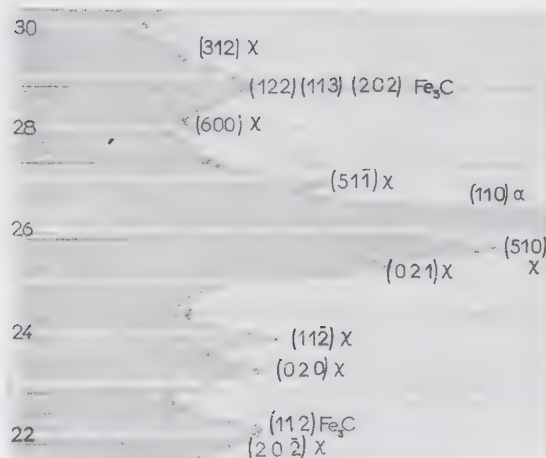


RX-IV₁

Acier I (2,03 % C) revenu 24 heures à 262°C.

Carbure extrait (Fe_3C)

Sensibilité 10^3 . Inertie 10

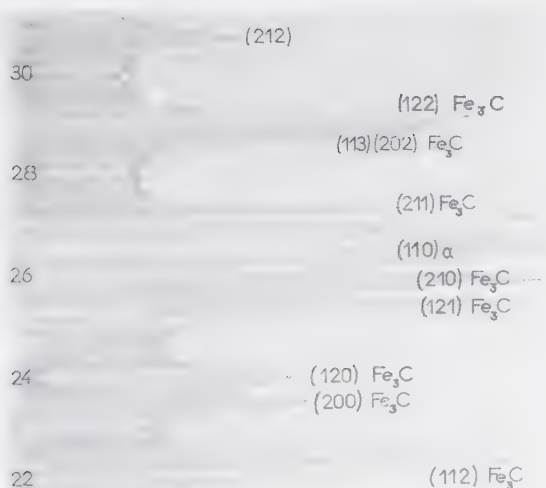


RX-IV₂

Acier I (2,03 % C) revenu 15 heures à 305°C

Carbures extraits ($\text{X} + \text{Fe}_3\text{C}$)

Sensibilité 10^3 . Inertie 10



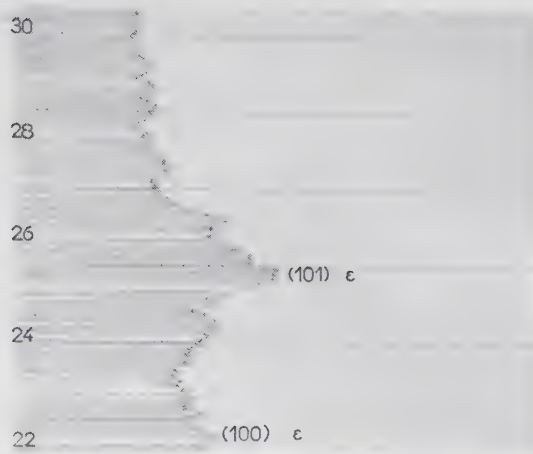
RX-IV₃

Acier I (2,03 % C) revenu 6 heures à 315°C

Carbures extraits (Fe_3C)

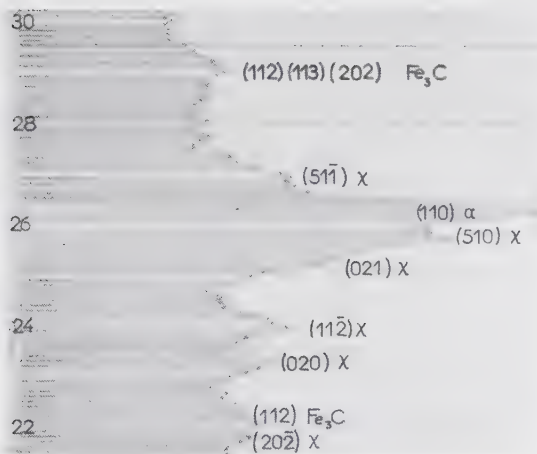
Sensibilité 10^3 . Inertie 10

Ràyons X 5



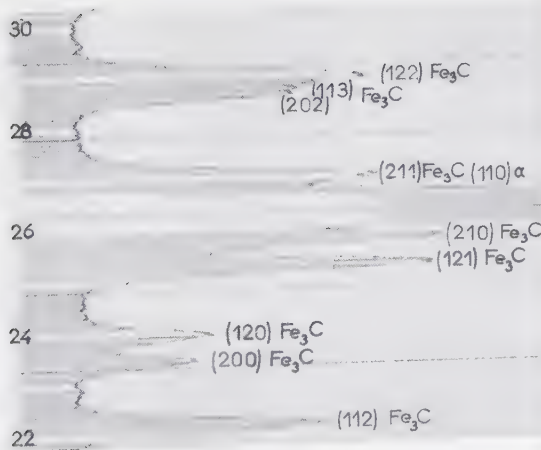
RX-V₁

Acier III (0,96 % C) reve-
nu 24 heures à 185°C
Carbure extrait (ϵ)
Sensibilité 10³. Inertie 10



RX-V₂

Acier III (0,96 % C) reve-
nu 15 heures à 305°C
Carbures extraits ($\chi + \text{Fe}_3\text{C}$)
Sensibilité 10³. Inertie 10



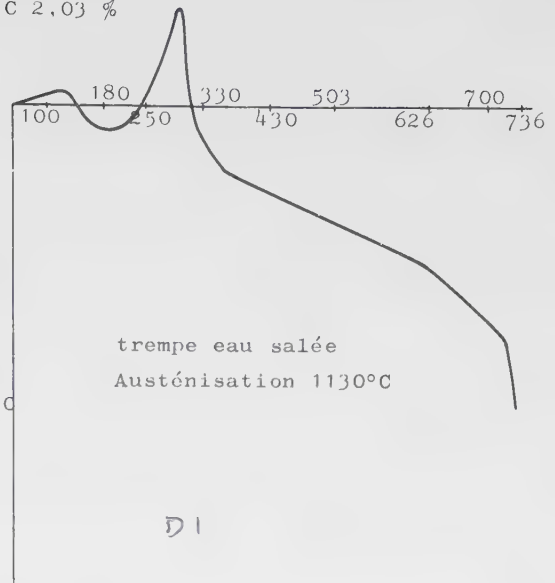
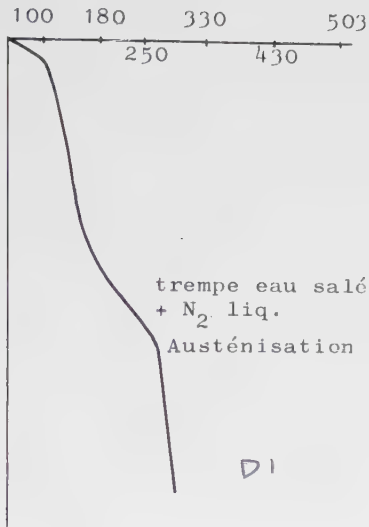
RX-V₃

Acier III (0,96 % C) reve-
nu 6 heures à 515°C
Carbure extrait (Fe_3C)
Sensibilité 10³. Inertie 10

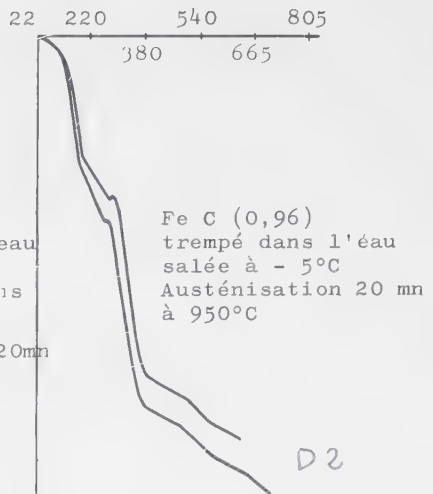
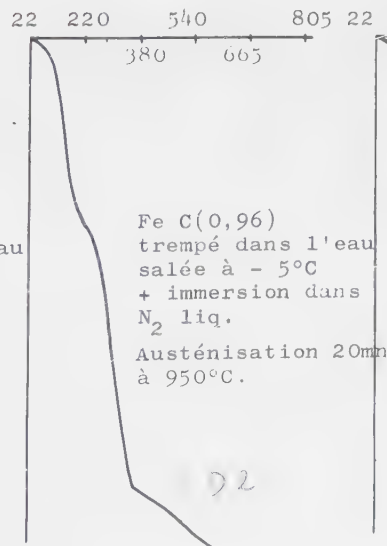
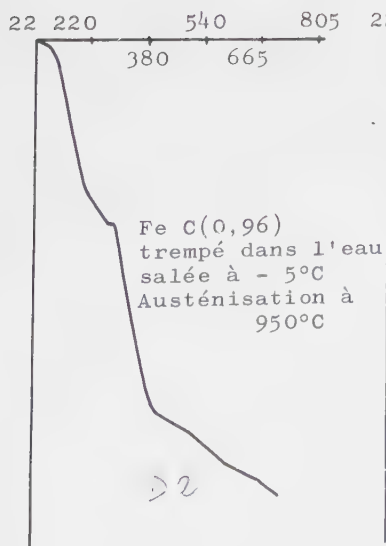
Dilatométries 1

ACIER I

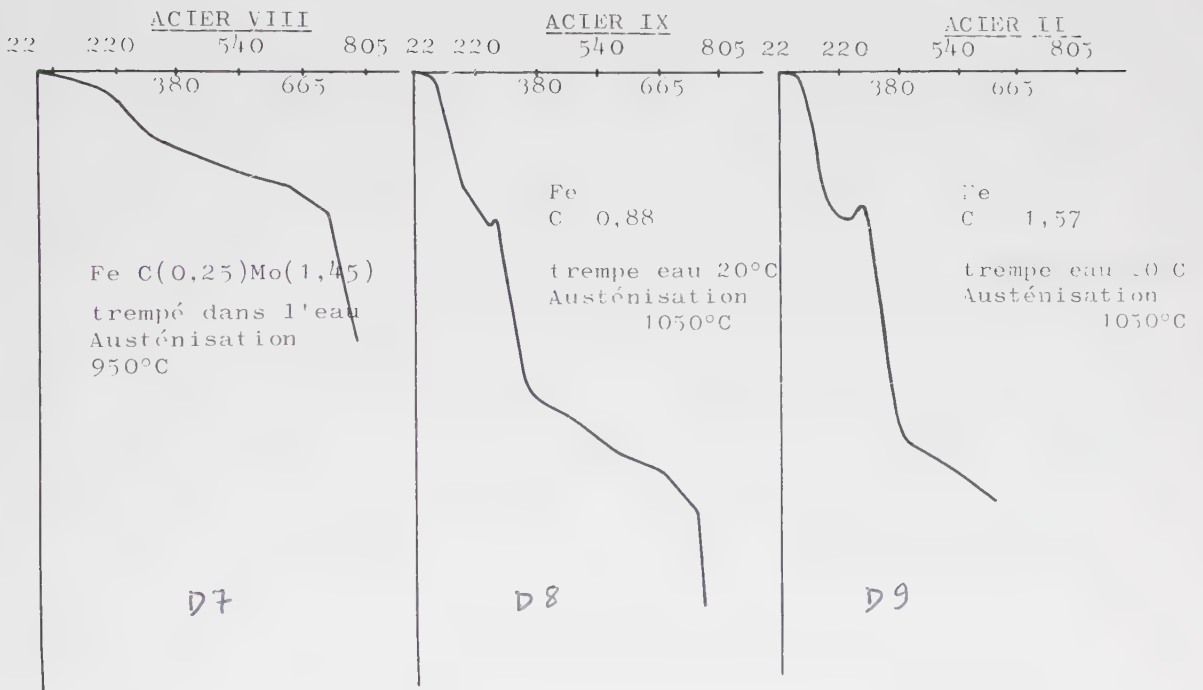
Fe C 2,03 %



ACIER III

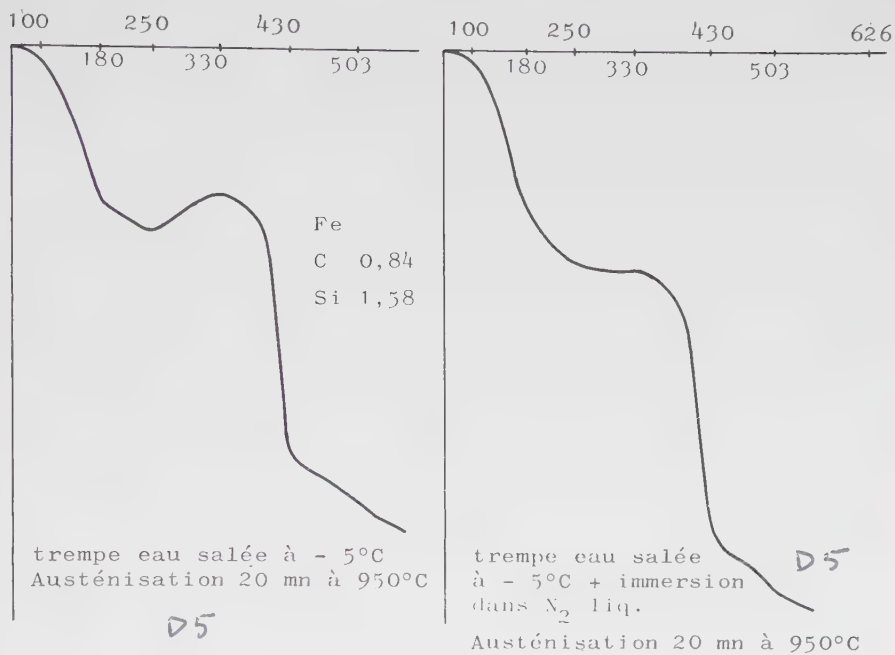


Dilatometries 2

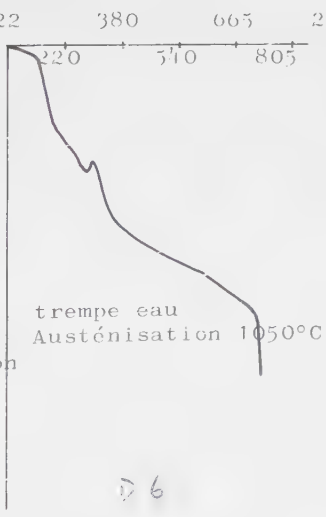
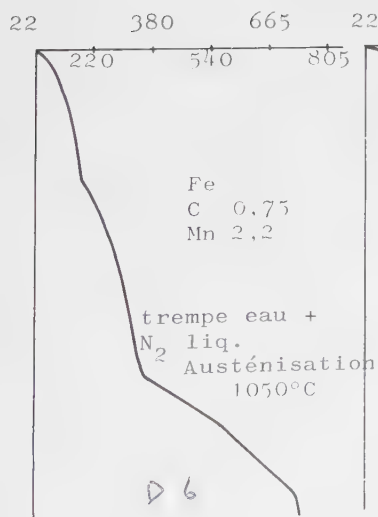


Dilatometries 3

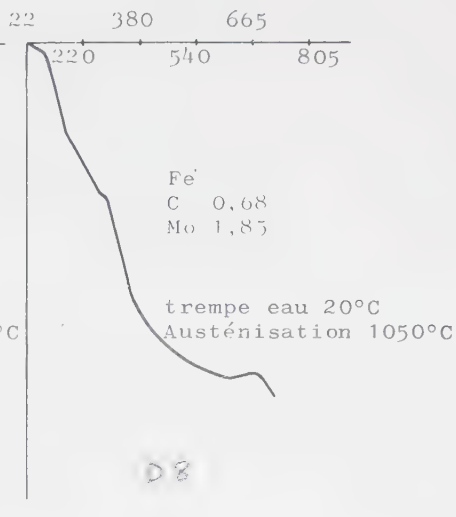
ACIER VI



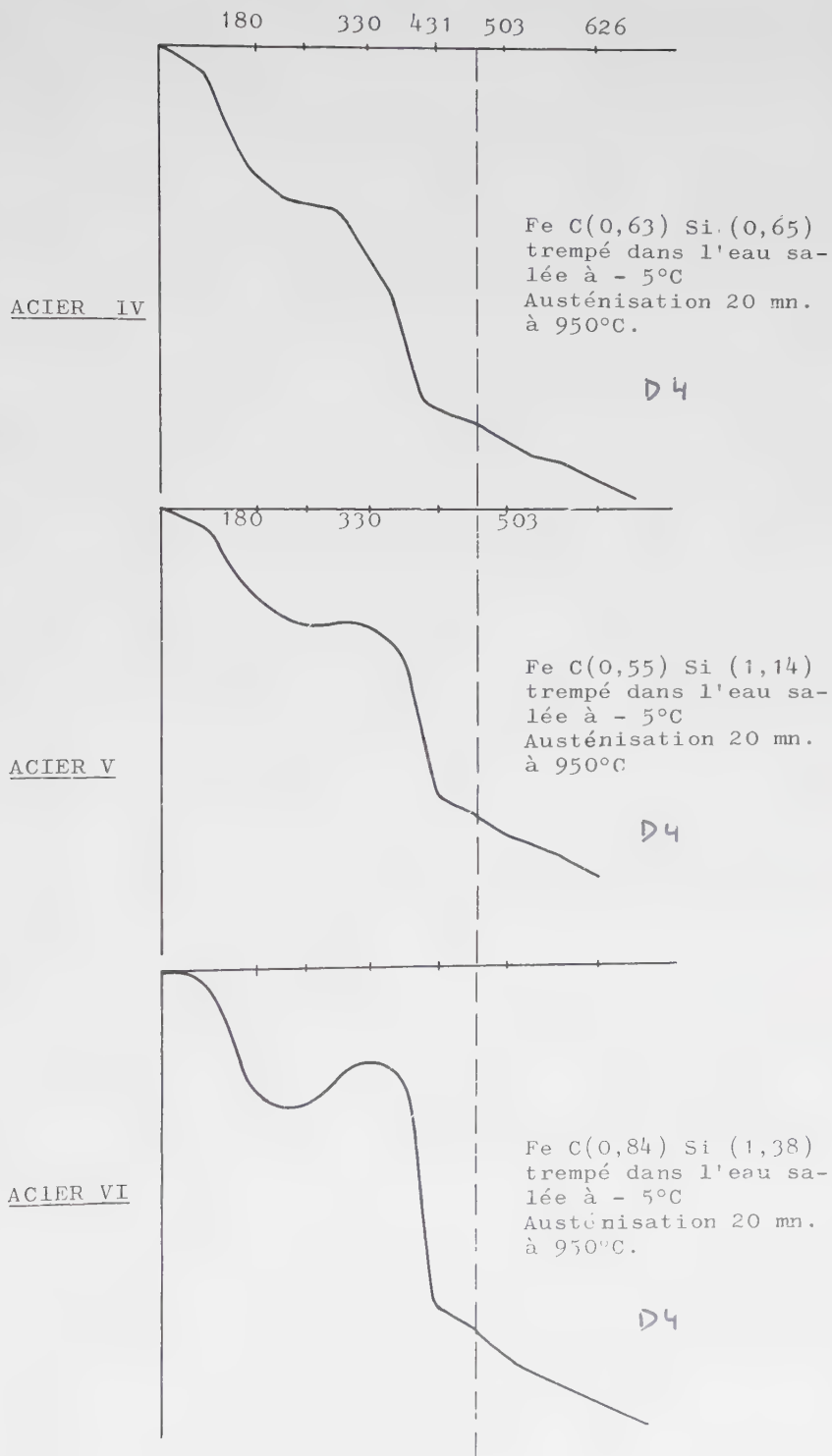
ACIER VII



ACIER IX



Dilatométries 4



DEUXIEME THESE

Proposition donnée par la Faculté :

MECANISME DE LA LUBRIFICATION DES SURFACES METALLIQUES
A HAUTE TEMPERATURE PAR LES LUBRIFIANTS SOLIDES.

Vu et approuvé,

Nancy, le Avril 1966

Le Doyen de la Faculté des
Sciences

J. AUBRY

Vu et permis d'imprimer

Nancy, le Avril 1966

Le Recteur de l'Académie

Président du Conseil de l'Université

